

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2001-525881

(P2001-525881A)

(43) 公表日 平成13年12月11日 (2001.12.11)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 1 1 D 13/18

識別記号

F I

C 1 1 D 13/18

マークシート (参考)

審査請求 有 予備審査請求 有 (全 71 頁)

(21) 出願番号 特願平10-549897  
(86) (22) 出願日 平成10年5月4日 (1998.5.4)  
(85) 翻訳文提出日 平成11年11月15日 (1999.11.15)  
(86) 国際出願番号 P C T / E P 9 8 / 0 2 7 9 0  
(87) 国際公開番号 W O 9 8 / 5 3 0 3 9  
(87) 国際公開日 平成10年11月26日 (1998.11.26)  
(31) 優先権主張番号 9 7 1 0 0 4 8 . 1  
(32) 優先日 平成9年5月16日 (1997.5.16)  
(33) 優先権主張国 イギリス (GB)  
(31) 優先権主張番号 9 7 2 6 9 7 2 . 4  
(32) 優先日 平成9年12月19日 (1997.12.19)  
(33) 優先権主張国 イギリス (GB)

(71) 出願人 ユニリーバー・ナームローゼ・ベンノート  
シヤープ  
オランダ国、エヌ・エル-3013・アー・エ  
ル・ロッテルダム、ヴェーナ・455  
(72) 発明者 アラン、ピーター・スチュワート  
イギリス国、ミドルセックス・ユー・ビ  
ー・8・3・ビー・エイチ、アクスプリッ  
ジ、ブルネル・ユニバーシティ、ザ・ウル  
フソン・センター・フォー・マテリアル  
ズ・プロセスング気付 (番地なし)  
(74) 代理人 弁理士 川口 義雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 洗剤組成物の調製のための方法および装置

(57) 【要約】

部分的に構造形成された洗剤組成物に圧力を付与してこ  
れを金型に給送する射出成形による洗剤棒状物の形成方  
法である。洗剤組成物は実質的に半固体の状態で、70  
℃未満の温度で、そして、20 p s i より大きい射出地  
点における圧力で、金型に給送することができる。本発  
明の洗剤棒状物を形成するための装置も開示する。

## 【特許請求の範囲】

1. 金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与することを包含する洗剤棒状物の形成方法であって、洗剤組成物が金型に侵入する際にそれが少なくとも部分的に構造形成されることを特徴とする上記方法。
2. 金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与することを包含する洗剤棒状物の形成方法であって、洗剤組成物が金型に侵入する時間帯の少なくとも一部の間、金型に侵入する地点における圧力が20 p s i より大きいことを特徴とする上記方法。
3. 金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与することを包含する洗剤棒状物の形成方法であって、洗剤組成物が金型に侵入する際に70℃未満の温度であることを特徴とする上記方法。
4. 金型に侵入する洗剤組成物が液晶相から、および／または、液晶相を介して冷却されることを特徴とする請求項1～3の何れかに記載の方法。
5. 洗剤組成物が、金型に侵入する際に、実質的に半固体の形態であることを特徴とする請求項1～4の何れかに記載の方法。
6. 洗剤組成物が金型に侵入する際に、40～70℃の温度である請求項1～5の何れかに記載の方法。
7. 洗剤組成物が金型に給送される間またはその前に加熱される請求項1～6の何れかに記載の方法。
8. 洗剤組成物が金型に給送される間またはその前に冷却される請求項1～7の何れかに記載の方法。
9. 洗剤組成物が金型に侵入する前に有益成分のような成分と混合される請求項1～8の何れかに記載の方法。
10. 混合をスクリュウ押出機で行う請求項9記載の方法。
11. 金型が充填された後の一定時間、洗剤組成物に対する圧力が与えられ続けることを特徴とする請求項1～10の何れかに記載の洗剤棒状物の形成方法。
12. 洗剤組成物が金型に侵入する前に金型が加熱されることを特徴とする請求項1～11の何れかに記載の洗剤棒状物の形成方法。

13. 洗剤組成物が金型に侵入する前に、金型が脱気されることを特徴とする請求項1～12の何れかに記載の洗剤棒状物の形成方法。

14. a) 洗剤組成物を収受する金型；

b) 金型に洗剤組成物を供給するための貯蔵容器；および、

c) 上記金型に洗剤組成物を給送する手段であって、20psiを超える金型への侵入地点での圧力で洗剤組成物を給送することのできる手段；

を包含する、洗剤棒状物の形成のための装置。

15. 各金型に対し圧力下に洗剤組成物を給送する供給ステーションを通過して循環する複数の金型を有する連続の工程を実施するように適合され、各金型内の洗剤組成物がその後、冷却および脱金型の工程を経た後に金型が再使用される請求項14記載の装置。

16. 金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与するための手段および圧力を付与するための手段に洗剤組成物を供給するように適合した実質的に別の手段を包含する洗剤棒状物の形成のための装置。

17. 供給手段がスクリー供給器からなることを特徴とする請求項16記載の装置。

18. スクリー供給器が相互にかみあうねじ山を有する平行スクリー2本を有する請求項17記載の装置。

19. 洗剤組成物の温度を調節するための手段を更に有する請求項14～18の何れかに記載の装置。

20. 洗剤組成物を供給するための手段が洗剤組成物を有益成分または他の添加物と混合するための手段を更に有する請求項16～19の何れかに記載の装置。

21. 洗剤組成物が、洗剤組成物に圧力を付与するための手段から、長さが金型の内容積の長さの実質部分に相当するノズルに供給され、洗剤組成物が金型に侵入する間にノズルと金型が相互に関連しながら移動することのできる請求項14～20の何れかに記載の装置。

22. ノズルが溝部を有することを特徴とする請求項21記載の装置。

23. 請求項1～13の何れかに記載の方法により得られる洗剤棒状物。

24. 洗剤組成物および洗剤組成物と非混和性の成分を含有し、非混和性の成分が非球状領域に存在する請求項1～13の何れかに記載の方法により得られる洗剤棒状物。

25. 添加物または有益成分を少なくとも部分的に構造形成された洗剤組成物に添加すること、および、添加物または有益成

分を含有する洗剤組成物に圧力を付与してそれを金型に給送することを包含する、洗剤棒状物に添加物または有益成分を配合するための方法。

## 【発明の詳細な説明】

洗剤組成物の調製のための方法および装置

## 技術分野

本発明は洗剤棒状物を形成するための方法および装置、および、これにより形成された洗剤棒状物に関する。洗剤棒状物は身体用および衣類用の洗浄剤であることができる。

## 背景技術および従来技術

洗剤棒状物は従来は以下の2通りの方法、即ち、(i) ミリング後の押し出し（「プロッド形成」）およびスタンピング（場合により「ミリング」法と称される）、または(ii) 注型の何れかにより製造されている。

ミリング法では、棒状物の全成分を含有する予備成型された固体組成物を典型的にはプロッディング、即ち、ノズルから押し出し、連続的な「棒（ロッド）」を形成し、これを業務上は「ビレット」と称される所定長のより小さい断片に切り出す。これら「ビレット」を次にスタンパーに供給するか、または、例えば、その一箇所以上の表面に対し、槌またはローラー型のダイ等により打刻すべき棒状物表面と同じ大きさのダイを用い

て刻印を施すか、または単に切断する。

洗剤棒状物製造のミリング法には幾つかの難点がある。

スタンピング法の問題点はダイブロッキングであり、これにより各ダイ半型に残留する多量の洗剤がダイの連続使用中に累積する。ダイブロッキングはダイ表面からの棒状物の離型を悪くするか、不可能とさえする場合があり、および／または、棒状物の表面に可視的な不良をもたらす場合がある。押し出し成型およびスタンピングでは更に、押し出されたビレットが、加工条件下で実質的に「剛性」の形態であることを要する。ダイブロッキングと「軟質」ビレットは、軟質の洗剤組成物、例えば加工条件下で液体である成分の比率が高い組成物によりもたらされたり、またミリング工程、例えば押し出しおよび／またはスタンピングにおいて洗剤組成物が曝される剪断力および伸長力の結果であると考えられる。

従ってミリングは、可撓性であるが軟質ではなく、または、製造装置の運転温

度、典型的には周囲温度 $\pm 30^{\circ}\text{C}$ において剪断破壊により軟化したり粘性化したりしないような処方に対してのみ適している。

ミリングされた棒状物はまた、押し出し軸の方向に沿って、

配向性を有する構造となる傾向がある。これらはまた棒状物内部に断裂面を形成する傾向を有し、これが棒状物を脆弱化させ、使用時に湿潤乾燥を反復することによりその面に沿って湿潤亀裂形成を生じさせる。湿潤亀裂形成は、外観不良であること、および棒状物の破碎をもたらすという両方の観点から極めて望ましくないものである。

洗剤棒状物の製造のための別の従来法は注型である。注型においては、加熱され可動性で容易に注入できる状態の洗剤組成物を所望の形状の封入キャビティ（即ち金型）の上部に導入し、そして、組成物の温度をこれが固化するまで低下させる。次に、金型を開放することにより棒状物を取り出すことができる。

注型可能であるためには、洗剤の処方は、使用される高温において可動性で容易に注入できるものでなければならない。特定の洗剤処方では商業上現実的な高温において粘稠な液体または半固体であるため注型用ではない。

更に注型法では、溶融した洗剤はゆっくり不均一に冷却する傾向がある。このため望ましくない構造上の配向性や成分の分離が起こる場合がある。許容可能な加工時間とするためにある種の能動的冷却系を使用する場合も多い。冷却系を使用した場

合でもなお、金型内の洗剤組成物全体で不均一に冷却が起こることが多い。

注型法に関わる主要な問題点は金型内の洗剤組成物が冷却するに従って収縮する傾向を有する点である。このことは、金型は棒状物および／またはある種のロゴマークを明確な形状とすることを目的としていることに鑑みると、極めて望ましくないことである。収縮は、へこみ、しわまたは空隙、あるいは棒状物の充填地点において凹部の形態をとる場合がある。

従って、ミリング法に伴う明らかな問題点および不都合を克服し、かつ注型に伴う問題点も回避する、良質の棒状物（即ち、例えば、外観および物理的特性が

良好であるもの)となるように洗剤組成物を成型するための方法および装置が望まれている。

米国特許2987484 (Procter & Gamble) は合成洗剤とバインダー担体よりなる基本的に非石鹸流体の混合物を小型のオリフィスから実質的に閉鎖されたダイに急速に注入し、液体混合物を形状持続性の形態に固化させることの可能な閉鎖ダイ成型法を開示している。

この方法では溶融した組成物が流体注入可能状態にあるように70℃～150℃の温度範囲に組成物を加熱する。実施例で

は全て、温度は82～150℃の範囲となっている。流体混合物を混合加熱する支柱、支柱を有するループ内の配管、溶融物の温度を安定化させるための配管内の熱交換器、および、循環射出圧を維持するためのポンプを有する連続注入回路に溶融物を循環させる。

射出条件下の加熱溶融物の粘度は2～50 Pa・sである。これは剪断の強度および温度に依存し、組成の関数であると記載されている。しかしながら、この粘度範囲のための特定の剪断速度は記載されていない。射出条件において2～50 Pa・sの粘度を有する溶融物は金型内で飛散したり、空気を取り込んだり、金型の排気口から漏出することの無い程度に十分に濃厚である一方、如何なる組成物の固化よりも早く金型の完全な充填を可能とし、過剰な射出圧力を必要としないと記載されている。適当な射出圧力は約1～20 psiの範囲であり、好ましくは2～10 psiである。全ての実施例において、射出圧力は5～8 psiである。高すぎる圧力は金型内で飛散を起こし、溶融物の密度を上昇させるとしている。

米国特許2987484号もまた方法を成功させるためには流体混合物をニグレ(nigre) (等方性液体) および結晶

の相を経由して冷却しなければならないことを記載しており、これを請求項の本質的特徴としている。更に、完全または中間的な(非等方性液体)相にある洗剤流体混合物はこれらの相の粘度が過剰であり、これらの相において望ましくない

複合体を形成する傾向を有することから、閉鎖ダイ成型には適さないと教示している。更に、米国特許2987484号は閉鎖ダイ成型を成功させるためには完全および中間的な相を経る冷却を避けることが必要であると述べている(コラム4、8行～27行)。

米国特許2987484号は棒状物の製造の従来法に伴う問題点、特にミリングに伴うものを克服できると記載している。しかしながら、記載された解決方法には幾つかの固有の難点があり、その大部分は注型とフレーミングの工程に共通するものである。許容できる水準まで固化時間を低減するために、流体混合物を注入する高温まで洗剤組成物を加熱し、その後金型を冷却することは極めてエネルギー集約的であり、エネルギーを要することである。更に、高温の流体として組成物を注入することにより、その方法には棒状物の固化に伴う収縮の問題が生じる。また金型中で洗剤組成物が冷却するのに従い成分の分離が起こるという問題も解決されていない。装置内の洗剤組成物

は配管を経由して送液されることにより、または、支柱内の混合器により、永久的に剪断される。

洗剤棒状物製造の従来法は金型内で洗剤組成物を完全に構造形成するか、または初期の高熱エネルギー入力(例えば注型)を要するか、または、金型/棒状物一形状作成手段の全く外部において洗剤組成物の構造形成を行い、これにより成型の前に合成の固体物質を加工処理(例えば押し出しおよびスタンピング)するかのいずれかにより、操作されている。後者の種類の方法は構造形成された物質を高い剪断エネルギーに付す(例えばスタンピングの場合)。このような方法の難点、特にミリングおよびフレーミング工程におけるものを克服する試みにおいて、米国特許2987484号に記載の方法は上記した一般的態様から異なっておらず、比較的高い使用温度に関わる高エネルギーが関与している。この観点から、米国特許2987484号は単に、洗剤組成物を金型に注ぎ込むのではなく射出するという代替注型法を提供しているに過ぎない。

本発明者等は、構造が一部は金型の外部で、一部は内部で形成される加工段階において操作することにより、従来技術の方法に存在する問題点を克服できるこ

とを発見した。この方法に

より、方法に伴う如何なる破壊的剪断作用も部分形成構造に対してのみ作用し、十分な構造が金型内で形成でき、これにより良好な品質の棒状物が製造できる。この方法では、洗剤組成物の構造形成における損傷は、棒状物の形成の間、遥かに低い程度にまで低減され、より高い射出圧力に対して忍容性を示し、部分的構造の破壊も無い。

#### 発明の要約

射出成型法において金型に洗剤組成物を給送する前にこれを部分的に構造形成することにより、良好な品質の棒状物が得られ、収縮、配向性構造および成分の分離の問題が顕著に低減される。更に、短い棒状物離型時間のような製造上の利点も得られる。

即ち、本発明の第一の態様によれば、本発明は、金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与することを包含する洗剤棒状物の形成方法であって、洗剤組成物が金型に侵入する際にそれが少なくとも部分的に構造形成されることを特徴とする上記方法を提供する。

好ましくは、少なくとも部分的に構造形成されるものは、洗剤組成物の連続相である。

本発明においては、洗剤組成物が洗剤組成物の粘度特性に影響するような分子構造を含んでいる場合は、これは少なくとも部分的に構造形成されと考えられる。さらに、あるいは、洗剤組成物が洗剤組成物の粘度を増大させる構造形成剤を含有する場合は、これは少なくとも部分的に構造形成されと考えることもできる。

好ましくは洗剤組成物は金型に給送される際には半固体の状態である。

第二の態様において、本発明は、金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与することを包含する洗剤棒状物の形成方法であって、洗剤組成物が金型に侵入する時間帯の少なくとも一部の間、金型に侵入する地点における圧力が20 p s i より大きいことを特徴とする上記方法を提供する。

第三の態様において、本発明は、金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与することを包含する洗剤棒状物の形成方法であって、洗剤組成物が金型に侵入する際にそれが70℃未満の温度であることを特徴とする上記方法を提供する。

従来技術に記載されている温度より低温で金型に洗剤組成物

を供給することにより、その方法のエネルギー集約度はより低下し、棒状物はそれか金型から排出するのに十分固化する温度にまでより急速に冷却する。

本発明者等は射出成型により洗剤棒状物を形成するために考案された装置を設計していた。特に、本発明は圧力を付与する手段に洗剤組成物を供給するための手段を提供する。

即ち、本発明は、金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与するための手段および圧力を付与するための手段に洗剤組成物を供給するために採用される実質的に別の手段を包含する洗剤棒状物の形成のための装置を提供する。

洗剤組成物は例えば流体、半固体または粒状の形態のような何れかの適当な状態で供給用手段に導入してよい。

我々は、射出成型法において、流体状態で供給される組成物等の洗剤組成物を供給するための特に効果的な手段は、スクリュウ押し出しにより得られることを発見した。

即ち、供給手段は好ましくはスクリュウ供給器を包含する。

別の態様において、本発明は本発明の方法により得られる洗剤棒状物を提供する。

我々は、本発明の方法は洗剤組成物と非混和性の添加物また

は有益成分を配合するために特に適していることを発見した。従って、本発明は洗剤組成物および洗剤組成物と非混和性の成分を含有し、非混和性成分は非球状領域に存在する本発明の方法により得られる洗剤棒状物を提供する。

更に別の態様において、本発明は、添加物または有益成分を少なくとも部分的

に構造形成された洗剤組成物に添加すること、および添加物または有益成分を含有する洗剤組成物に圧力を付与してそれを金型に給送することを包含する、洗剤棒状物に添加物または有益成分を配合するための方法を提供する。

好ましい実施形態において、添加物または有益成分は洗剤組成物と非混和性である。

特段の記載が無い限り、本発明または何れかの好ましい特徴に関する参照例は本発明の全ての態様に適用されるものとする。

#### 本発明の詳細な説明

「洗剤棒状物」とは、石鹼、合成洗剤活性物またはこれらの混合物を包含する界面活性剤の濃度が棒状物を基にして少なくとも5重量%である錠剤、ケーキ状物または棒状物を指すものとする。洗剤棒状物はまた皮膚に対する望ましい特性を付与または持続させるための有益成分も含有してよい。例えば水分補

給剤を含有してよい。

洗剤組成物は均質な成分または成分の混合物を含有してよく、または、連続相に懸濁または分散された物質を含有してもよい。

金型に給送される洗剤組成物は金型に給送されることが可能な如何なる形態であることもできる。例えば、当業者の理解する通り、組成物が、圧力付与手段による金型へのその給送を可能にするほど十分可撓性を有する限り、組成物は実質的に流体（例えば、熔融物、熔融分散体、液体）、実質的に半固体または実質的に固体の形態であることができる。

#### 構造

洗剤組成物は、粘度の上昇を確認するために存在する構造および／または構造形成剤を有さないほかは、検討対象の洗剤組成物と同じ温度にありそして、本質的に同じ組成である洗剤組成物と比較しなければならない。

構造は例えば液晶形成、重合体構造形成剤または粘土、または、粘度に影響する分散固体成分の十分な容量により得ることかできる。固体成分は相互作用により洗剤組成物内部の網目構造を形成するか、固体粒子相互の、または、これと連続相との、単純な物理的相互作用／接触を介して、構造を与えることがで

きる。

洗剤組成物、特に実質的に流体または液体の状態の洗剤組成物については、一般的に2種の別個の組成物、即ち、構造的に等方性の相、および構造的に非等方性の相が存在する。構造的に等方性の相の状態は液体、立方液晶相および立方結晶相である。他の全ての相は構造的に非等方性である。

構造形成された液体は、構造が主要成分により、好ましくは界面活性剤（即ち非等方性であるかまたは液晶相を有する）により形成される場合である「内的に構造形成される」たり、また二次的な添加物、例えば、重合体（例えばカーボポール（Carbopols））、粘土、シリカおよび／またはケイ酸塩類（陽気内で生成したアルミノシリケートを含む）を用いることにより3次元マトリックス構造が得られる場合である「外的に構造形成される」ことができる。

上記した二次的な添加物は洗剤組成物の1～10重量%の濃度で存在してよい。

洗剤組成物に内部構造が存在することは、使用する成分、その濃度、組成物の温度および組成物が曝露される、または、曝露された剪断力に起因していると考えられる。

一般的に界面活性剤含有系の秩序の程度は、界面活性剤および／または電解質の濃度の上昇に従って上昇する。界面活性剤および／または電解質の濃度が極めて低い場合、界面活性剤は分子溶液として、または、球状ミセルの溶液として存在することかでき、これらの溶液はともに等方性であり、即ち、構造形成されていない。更に別の界面活性剤および／または電解質を添加することにより、界面活性剤物質の構造が形成される場合がある。このような構造には種々の形態があり、例えば、二層構造がある。これらはロッドミセル、非等方性界面活性剤相、平面ラメラ構造、ラメラ液滴および液晶相（これらの大部分は非等方性であるが、等方性である場合も有る）等、種々の用語で称されている。界面活性剤物質により内的構造形成された流体組成物の種々の例は、H. A. Barnes, "Detergents", Ch. 2., K. Walters (Ed), "Rheometry: Industrial Applications", J. Wil

ey & Sons, Letchworth 1980に記載されている。実際は同一である構造に対し、種々の研究者により種々の用語が用いられている。例えば、ラメラ液滴は欧州特許出願ではスフェルライト

(spherulite) と称されている。

このような内的構造、秩序または非等方性が存在することは、典型的には、当業者に既知の組成物の温度／粘度／剪断特性により明らかにされる。しばしば、分子構造が存在することにより非ニュートン流体挙動が生じる。

洗剤組成物の界面活性剤構造形成の存在と同定は当業者に既知の方法、例えば光学的方法、種々のレオロジー測定法、X線またはニュートロン回折、および場合により電子顕微鏡観察により確認することができる。

当業者の知る通り、分子構造は偏光顕微鏡観察により検出してよい。等方性の相は偏光に対する作用を有さないが、構造形成された相は変更に対する作用を有し、複屈折を示す。等方性の液体はX線およびニュートロン回折顕微鏡写真において如何なる種類の周期性も示さないと考えられるのに対し、分子構造は当業者に既知の様式で一次、二次、あるいは三次の周期性までも示す場合がある。

好ましくは、洗剤組成物は金型に給送される時点で半固体である。洗剤組成物は、当業者の知る通り、単純な固体としての挙動を示すことがもはや無いような十分な構造が組成物内に存

在する場合に半固体状態にあると考えてよい。

従来技術とは対称的に、完全および／または中間的な液晶相から、あるいはこれを経て、洗剤組成物を冷却することにより、良好な物理的特性を有する洗剤棒状物を得ることができることを発見した。更に、射出成型法により良好な棒状物の形成を成功させるためには、ニグレ+結晶の相を経て洗剤組成物を冷却することが必須ではないことも発見した。

従って、金型に侵入する洗剤組成物は好ましくは非等方性の液晶相から、またこれを経て冷却する。

従って本発明の方法および装置は、ミリングまたは注型による製造法に適さな

い洗剤組成物、例えば、周囲温度で液状である成分を高濃度で含有する組成物、特に家庭用の洗浄剤組成物、剪断感受性の固体構造を有する組成物および粘度が高すぎて注型できない組成物から高品質の洗剤棒状物を製造するための手段を提供する。

本発明により得られる利点の1つは、棒状物の冷却に伴う金型内部の棒状物の収縮に関わる問題点が緩和されることである。これにより表面の輪郭および腔部の形状の再現性が高くなる。特に良好なロゴマークの複製が可能となる。

従来技術に伴う問題点を克服するために、本発明の洗剤組成物は典型的には従来技術のものよりも高粘度である。その結果、金型に洗剤組成物を給送するために要する圧力は高くなる。

#### 圧力

圧力付与手段に接触している洗剤組成物に付与する圧力は本明細書では「付与圧力」と称し、洗剤組成物に圧力を「付与する」および「付与している」と記載されている場合は、付与圧力を指すものとする。洗剤組成物は比較的粘稠であることから、流路の更に下流の組成物の感受する圧力はより低くなる。

「射出圧力」とは金型に侵入する地点における洗剤組成物に対する圧力である。

本発明者等は洗剤棒状物の最終分子構造を犠牲にすることなく従来技術よりも高い圧力を使用して金型に洗剤組成物を給送することができることを発見した。本発明の第二の態様の場合と同様、20 p s iを超える射出圧力の使用により比較的粘稠な組成物を金型に供給することができる。

付与圧力は10～50 p s iのオーダーであってよい。しかしながら、より高い付与圧力、例えば1000 p s iまでの圧力も比較的粘稠な（例えば半固体の）洗剤組成物を金型に給送

するために使用してよい。付与圧力は典型的には750 p s iを超えず、より典型的には、500 p s iを超えない。温度、流量および装置の設計のような工程パラメーターを制御することにより上記圧力において過剰な剪断力を回避するこ

とができる。

射出圧力は典型的には20 p s iより高圧、好ましくは、29.4 p s iより高圧であり、より好ましくは50 p s iより高圧である。射出成型される洗剤組成物が少なくとも部分的に構造形成されたり、また比較的低温であるため、米国特許2,987,784号に記載された射出圧力より有意に高い圧力を用いてよい。例えば、洗剤組成物は実質的に半固体の形態であってよい。200 p i sより高い、400 p s iより高い、更には700 p s iより高い射出圧力も使用してよい。

我々は、金型内の棒状物の収縮に関わる問題点は、必要に応じて、金型の内容が冷却ないしは固化するに従って更に洗剤組成物を給送することにより、緩和されることを発見した。このためには、金型内の洗剤組成物に対し、「保持圧力」を付す。この方法により、金型内の相容量が維持され、形状の再現性が更に改善される。

更にまた、「保持圧力」の使用は溶接線（即ち、金型内の洗剤物質の流動前線間の境界面）を最小限とし、ロゴマークの明確度を向上させる。

即ち、金型に洗剤組成物を供給するために洗剤組成物に圧力を付与すること、および、金型が充填された後の一定時間洗剤組成物に対し圧力を付与し続けることにより、収縮が緩和され、良好な物理特性を有する洗剤棒状物を得ることが可能となる。

金型が充填された後に金型に侵入する洗剤組成物に圧力を付与し続けることにより金型中で生じる圧力は、本明細書では、「保持圧力」と称する。洗剤組成物は金型内で高い保持圧力に付されてよい。例えば、その圧力は1000 p s i以下である。

全ての圧力の数値はp s iゲージ（p s i g）、即ち、大気圧の上下の数値で示す。

金型が充填された後に洗剤組成物に圧力を付与し続けることにより「保持圧力」が生じる時間帯は、本明細書では、「保持時間」と称する。保持時間は金型に給送する洗剤組成物の性質に応じて変化する。例えば、溶融状態で、そして、高

温で金型に給送される組成物は、半固体であったり、また、より低温で金型に給送される組成物よりも、長い保持時間を要する。

典型的には、保持時間は2分未満、好ましくは、1分未満、より好ましくは30秒未満、最も好ましくは10秒未満である。保持時間は極めて短時間、例えば、1秒未満であってもよい。

#### 温度

発明者等は、従来技術で典型的に使用されていた温度より低温の洗剤組成物を、洗剤棒状物の最終分子構造を犠牲にすることなく、加圧下に金型まで給送できることを発見した。金型に給送されるべき洗剤組成物内に構造が存在することが明らかに確認することができる場合、金型に侵入する際100℃以上の温度の洗剤組成物も許容されうる。しかしながら、本発明の第三の態様の場合と同様、洗剤組成物は金型に侵入する際に70℃未満の温度で金型に加圧下給送されることができる。流量および装置の設計のような工程パラメーターを制御することにより、上記温度における過剰な剪断力を回避することができる。

洗剤組成物は、通常は単純な融点を持たず、代わりに、温度の上昇に従って、固体形態から半固体形態に、次いで、液体（または溶融）形態に移行する。棒状形態の現実的な洗剤組成物は何れも、通常は30～40℃である周囲温度または通常の

保存および／または使用の温度で実質的に固体である。

従って、洗剤組成物は周囲温度より高温、例えば、好ましくは30℃より高温、より好ましくは40℃より高温で金型に侵入するのが好ましい。

当然ながら、低温であるほど、組成物を周囲温度から加熱するために必要なエネルギーは少なく、より急速に棒状物は冷却し、棒状物が収縮する傾向は小さくなる。

洗剤組成物が単純な注型法の場合よりも低温で金型に侵入できるということが本発明の特別の利点である。固体洗剤組成物を加熱する場合、操作温度をより低くできるほど、より少ない熱（即ちエネルギー）を要することになる。液体洗剤

を冷却する場合、加熱は全く必要にならない。従って本発明は操作上の経済性も与える。

典型的には洗剤組成物は60℃以下の温度である。

本発明は、超冷却を受ける、即ち、最終棒状物構造形成を行うことなく金型外部に熱エネルギーを放出できる洗剤組成物に特に適している。

#### 射出成型装置

射出成型は合成重合体熱可塑性成型品、特に、薄い断面と複

雑な形状を有する熱可塑性成型品の成型において現在特に使用されている方法である。

基本的には、プラスチック材料の射出成型装置は、実質的に閉鎖された金型および実質的に閉鎖された金型内に加圧下プラスチック材料を給送する手段よりなる。好ましくは、材料が加圧下に流動可能である温度までプラスチック材料の温度を上昇させるための手段も存在する。本発明の方法は材料を加熱するための手段の有無に関わらず、上記の既知の射出成型装置を用いて実施することができる。本発明による好ましい変更例を以下に記載する。

本発明の洗剤組成物は金型に向けて洗剤組成物を駆出するために洗剤組成物に圧力を付与するための手段を有する装置を用いて射出成型してよい。「圧力を付与するための手段」とは材料を入れることができ、その材料に圧力を付与することによりそれを強制的に金型内に入れることのできる装置として定義される。

金型内部に向けて洗剤組成物を駆出するのに適する装置の適当な種類は、陽圧置換ポンプ型装置、例えば、ピストンポンプ（押出機を含む）、ギアポンプおよびローブポンプ型装置を包

含する。

適当な装置は金型と接触する単純ラム押出機である。このような装置は典型的には洗剤組成物用の貯蔵容器または胴部、貯蔵容器内の材料に圧力を付与するためのプランジャー、および、洗剤組成物が直接または間接的に金型内部に向けて駆出される際に通過する吐出出口を有する。単純ラム押し出し装置は例えば、半固

体の形態の洗剤組成物の射出成型に特に適している。

上記した射出成型装置は本発明の方法のために使用してよい。

好ましい実施形態においては、洗剤組成物は好ましくは、金型に給送される際に、少なくとも部分的に構造形成される。好ましくは、洗剤組成物は金型に給送される際には半固体である。当然ながら、本発明はまた実質的に流体の形態で射出成型に付される洗剤組成物も提供する。

一部の洗剤組成物はそれらが不適當な条件下に射出成型された場合には永久的に粘着性のものとなる。即ち、一部の固体洗剤組成物は、固体が過剰な剪断応力に曝露された場合には破壊される場合がある複雑な分子構造を有している。分子構造はそのような剪断の後に再構築されず、洗剤組成物は粘着性の使用不可能な状態にとどまることになる。

従って、このような洗剤組成物が金型への給装の間に過剰な剪断に曝露されないことを確認するのが望ましい。

洗剤組成物が付される剪断を制御するために、洗剤組成物の性質そのもの、特に、種々の温度におけるその粘度および分子構造を考慮する必要がある。剪断を制御するために、温度、組成物に付与する圧力、装置内の洗剤組成物の流量、および、装置の形状のような工程パラメーターを制御することができる。極端な屈曲部、圧縮部および急速に運動する部分のような形状は洗剤組成物を高剪断に付す可能性がある。

適切な温度で金型に洗剤組成物を給送することにより、剪断感受性の構造は完全には形成されず、室温で組成物の構造が失われないことがわかっている。金型に射出される洗剤組成物の温度を制御するために如何なる適当な方法を用いてもよい。金型への給装に適する温度で供給してよく、その温度を変更する必要はない。あるいは、そして好ましくは、洗剤組成物が金型に供給される前、またはその間に、組成物の温度を適宜、上昇または低下させるための加熱または冷却手段を用いて、その温度を変える。

好ましくは、洗剤組成物の状態はそれを供給する前またはそ

の間に変化する。例えば、液相から半固体状態に移行してよい。あるいは、固体から半固体状態に移行してよい。

射出成型過程の間に洗剤組成物が入る／通過する射出成型装置には、如何なる適当な冷却または加熱手段を適用してもよい。

適当な加熱および冷却手段は当業者に既知である。例えば、適当な冷却手段は冷媒の入った冷却ジャケットであり、適当な加熱手段は、例えば、加熱媒体の入った電気加熱ジャケットまたは種々の形態の熱交換器を包含する。

固化による閉塞を防止するために、洗剤組成物が金型に供給される地点の近傍で高温を維持してよい。

複数の個別に制御することのできる加熱手段または冷却手段を装置の種々の位置に設けてよい。次に、洗剤組成物の流動方向に向けて段階的な温度特性を生じさせることができる。例えば、温度を段階的に上昇または低下させてよい。

洗剤組成物は固体粒状形態（例えばペレット）であることが多く、これがその後ミリング法で押し出されスタンピングされるか、注型法で溶融および注型される。プラスチック産業で使用されている既知の射出成型装置は通常はホッパから容易に流出する粒状のプラスチック開始原料を使用する。一方、粒状形

態の洗剤組成物は粘性を有し、流動性は比較的乏しい。従って、洗剤組成物から装置への良好な流動を確実なものとするためには、特殊な手段が必要である場合がある。

本発明者等はまた、一部の洗剤組成物が高温の溶融状態で製造され、供給されることを発見している。従って、洗剤組成物に圧力を付与するための手段に液体洗剤組成物を供給するための手段が必要になる。

従って、本発明は金型に洗剤組成物を給送するために洗剤組成物に圧力を付与するための手段および洗剤組成物に圧力を付与するための手段に洗剤組成物を供給するために採用される実質的に別の手段を包含する、洗剤棒状物の形成のための装置を提供する。

供給手段のいずれの部分も洗剤組成物への圧力の付与において何ら意味の有る役割を有さない点において、供給手段は実質的に別のものとなる。当然ながら、

供給手段は適宜、洗剤組成物への圧力の付与のための装置と流体連絡しており、これにより洗剤組成物は圧力付与手段に容易に供給される。

適当な供給手段の例には、コンベヤ、テーパリングされた下部を有する容器、攪拌器、ラム供給器、スクリュー供給器、ま

たは、これらの数種の組み合わせを包含する。

好ましい実施形態においては、洗剤組成物は実質的に固体(例えば粒状)または半固体の形態で供給手段に供給される。「粒状形態」とはペレット、フレーク、ヌードル、顆粒およびチップ等、当業者に既知のものを包含する。

洗剤組成物が実質的に固体の形態で供給される場合は、装置内(例えば、ラム押し出し装置の場合は貯蔵容器内)の材料を過熱するための加熱装置が必要となり、これか加圧下に流動性となり、またそれを維持する。

洗剤組成物が実質的に流体の形態で与えられる場合は、加熱域の代わりに、あるいはこれに加えて、冷却域も使用する。溶融物原料が70℃より高温で供給される場合は、好ましくは冷却した後に金型に給送する。当然ながら、洗剤組成物は100℃より高温で金型に導入される。更に、加熱装置は上記高温の維持のためにも使用してよい。

洗剤組成物の連続的に供給することができる点が供給手段の好ましい特徴である。

洗剤材料を供給するための手段は、圧力付与手段に、または、加熱または冷却域のような、圧力付与手段より前の域に組成物

を供給してよい。好ましい実施形態においては、洗剤材料を供給するための手段は、供給器の連続操作と圧力付与手段の不連続射出サイクルとの境界を与えるアキュムレーター域に組成物を供給する。

洗剤組成物の温度を制御するための手段は射出成型装置の何れの部位に設けてもよい。例えば、上記加熱または冷却手段は圧力付与手段内、供給手段内、または、別の域内、または、これらの組み合わせの何れに設けてもよい。別の加熱域を例えば、洗剤材料供給手段と圧力付与手段の間に配置してもよい。

本発明は、供給手段、圧力付与手段の何れかまたは双方として、射出成型装置の一部としてのスクリーユ押出機の使用を提供する。レシプロケーティング射出成型器の場合は、調製された（例えば加熱された）材料に圧力を付与するための手段はスクリーユそのものにより与えられる。典型的には、スクリーユはその軸に沿って金型から離れる方向に可動である。スクリーユ胴部の端部のアキュムレーション域に流動可能な材料を給送するに従って、そこで発生する圧力によりスクリーユは押し戻される。集積した溶融材料（「ショット」）に圧力を付与するために、スクリーユを強制的に（通常は水圧を用いて）アキュ

ムレーション域に向けて前進させ、これによりそこにある材料に圧力を与え、これをノズルを経て金型に移動させる。チェック弁または特に設計されたスクリーユチップにより材料がスクリーユ羽根内に逆流することを防止する。

洗剤組成物に圧力を付与するための手段は、既知の射出成型装置に関して上記した通り、スクリーユ押出機の先端を有する。あるいは、圧力下に洗剤を給送するための別の手段を以下に記載する通り使用してもよい。

好ましくは、洗剤組成物を供給するための手段はスクリーユ供給器の形態の供給器を有する。これにより特に円滑な供給が行えることが解かっている。

スクリーユの形状は処理する組成物に適するように設計される。スクリーユの回転速度を調整することにより、洗剤に対し許容できない剪断を付与することなく、アキュムレーション域または圧力付与手段への材料の流量を許容できるものとする。

流体洗剤組成物には特別な問題点がある。単軸スクリーユ押出機は搬送を推進流のみに依存しており、従って、流体を搬送するためには、材料の前進流動に重力が利用できるように、狭いクリアランス（隙間）および／または傾斜を有する特殊な設

計を施す必要がある。従って、洗剤組成物を前方に推進するために能動的置換をもたらすような、相互にかみあう、好ましくは、セルフワイピングの羽根を有する2本の平行スクリーユを有することが好ましい。スクリーユは反対の方向に回

転（逆回転）してよいが、逆圧流動を低減するために共同して回転することが好ましい。このような液体または固体を給送するための相互にかみあう羽根を有する二軸スクリー押出機は当業者に既知である。

洗剤組成物を圧力を付与して金型に給送するために取り外し可能なスクリーを使用するのは好ましくない。むしろ、圧力チャンバ内容量を増減できるように可動であるピストンにより決まる壁部少なくとも1つおよび射出ノズル少なくとも1つを有し、材料が蓄積することのできる、圧力チャンバを設けてよい。

好ましい実施形態においては、スクリー押出機は、圧力付与手段に射出成型原料を供給するほかに、射出のために望ましい性状となるように材料を予備調整するという機能も有する。1つ以上の加熱および／または冷却域を有するスクリー押出機を設けることにより、そして、例えば適切なスクリー、ス

クリーの配置、および、スクリーの速度を選択することにより、使用される特定の射出成型法および目的とする製品の特性のために必要な水準まで、押出機に供給される材料を均質に混合し、構造形成することができる。例えば、本発明の好ましい実施形態では材料は実質的に半固体の状態で注入される。

更に、供給手段、好ましくはスクリー押出機は脱気および／または別成分の添加のための中間投入口を含むことができる。添加物、例えば染料および香料および他の有益成分をスクリー供給の全長に渡り中間投入口を介して添加することができる。

温度特性の有るスクリー供給部を採用する場合は、特定の温度において供給器内の材料の流動塊に対し、成分および／または添加物および／または有益成分を添加することが可能である。更に、スクリー供給部における材料は、使用する装置および工程パラメーターに応じて、スクリー供給部内を通過する際に、より高水準および／または低水準にまで混合および／または構造形成することができる。即ち、選択された水準の粘度および／または混合および／または構造形成の段階で、材料の流動塊に対し、成分および／または添加物および／または有益成分を流加することが可能である。

更に、石鹸の形成（例えばケン化）または非石鹸洗剤界面活性剤の形成（例えばアニオン界面活性剤酸前駆体の中和）を、スクリー押出機内、特にスクリー押出機の最初の部分において行うことも可能である。

脱気のほかに、気体（例えば空気）を射出成型する洗剤組成物に添加することにより、例えば、密度を低下させたり、浮遊する棒状物を得ることもできる。好ましくは、気体はスクリー押出機の段階で添加する。

#### 射出ノズル

洗剤組成物に圧力を付与するための手段は、単純な経路、または、非返送手段、または、金型充填後の加圧手段の迅速な撤退と装置の円滑な操作を可能にするためのバイパス管への連結を有する経路により、金型に連結してよい。

しかしながら好ましい実施形態においては、洗剤組成物は、長さが金型の内容部の長さのかなりの割合（少なくとも半分、好ましくは少なくとも4分の3）に相当するノズルを介して供給される。金型に材料を「ジェットイング」または「スネーキング」しながら単純に充填することには問題が有ることがわかっている。金型の遠方の端部に実質的に伸長しているノズルを

設けることにより、良好な充填が可能であることがわかっている。好ましくは、洗剤組成物が供給される間ノズルと金型は相互に関連しながら運動する。洗剤組成物が供給される間、金型は圧力付与手段と関連しなから運動し、および／またはノズルが金型と関連しながら運動する。ノズルと金型が相互に関連しながら運動する速度は、好ましくは、ノズルが金型中の洗剤組成物の表面の直下に存在しつづけられるように洗剤の給装の速度と合致させる。これにより特に良好な充填が可能になることが解かっている。好ましい実施形態においては、ノズルは金型と関連しながら運動する。

ノズルは、例えばノズル中で洗剤組成物の一部が固化（付着）し、これにより金型への組成物の円滑な給装が妨げられないように、加熱または予備過熱してよい。

好ましくは、加圧下に洗剤組成物を給送するための手段とともに用いる射出ノズルの直径は小さい。好ましくは、直径は1～20mm、より好ましくは5～1

0 mm、最も好ましくは約 8 mm の直径および円断面とする。

#### 金型

本発明の金型は如何なる適当な材料から作成してもよく、例

えば、良好な機械的強度を有する剛性の材料を用いてよい。迅速な冷却が望ましい場合は、高い熱伝導性を有する材料が好ましい。好ましくは金型は金属およびその合金（例えばアルミニウム、真鍮および他の銅合金、炭素鋼およびステンレス鋼を含む鉄鋼）、金属または金属複合体の焼結体、非金属材料、例えば、セラミックス、複合材および熱可塑性プラスチックの多孔体または発泡体から選択される材料よりなる。

金型は剛性および非剛性の材料よりなり、例えば、非剛性のプラスチックを使用してよい。金型は洗剤棒状物製品の包装の一部または全体を構成してよい。この点に関し、包装は剛性のものであるか、または、非剛性、例えば、ラップ包材であってよい。例えば、剛性金型の内張りが洗剤棒状物製品の「ラップ包材」を構成することにより、ラップ包装された棒状物を金型から離型することができる。金型はまた金型により決定されるキャビティ内部の伸展可能な内張りを有してもよく、その内張りは洗剤組成物が金型に給送される際にキャビティ内に充填するように伸展する。このような棒状物とともに離型される内張りおよびラップ包材は製品包装体と一体化した部分であるか、あるいは、棒状物を離型した後に取り外すもの、例えば、単に

金型からの棒状物の離型を容易にするために用いられたものであってもよい。

金型は金型への洗剤組成物の給装の前に予備冷却または予備加熱してよい。金型の内面は例えば給装温度および／または組成物の融点を超える温度まで予備加熱してよい。このような金型の予備加熱により、棒状物をより平滑でより光沢の有る仕上りにできることがわかっている。

洗剤の給送の後、金型を冷却して洗剤の急速な固化を促進してよい。所望の冷却速度および最終温度に応じて、如何なる適当な冷却材も使用してよく、例えば、空気、水、氷、固形二酸化炭素、またはこれらの組み合わせを用いてよい。好

ましくは、金型の外面の少なくとも一部に射出後の金型の冷却効率を向上させるための手段を備える。本発明の好ましい実施形態においては、このような手段は空気冷却用のフィンまたはリブ、または、冷却液の循環のためのジャケットを包含する。

金型は適宜、相互に合致し、射出圧力および保持圧力に耐えうる、少なくとも2つの剛性の補助ダイを有し、各ダイは成型品の所望の形状の区分に相当し、これらダイは、その辺縁の接触部分に沿って係合する際に、成型品の全形に相当するキャビ

ティを決定する。少なくとも2つのダイ部分を有する複数部品の金型を使用することにより、高度に多様な3次元の形状を製造することができ、例えば、円形、楕円系、正方形、長方形、凹型または他の如何なる所望の形状も得ることができる。

少なくとも2つのダイ部を有する金型において、該ダイの少なくとも一方にはその辺縁の接触部分に沿って密封手段を備えてよい。より好ましくは、該密封手段はエラストマー製のガスケットよりなる。

金型には内面を備え、その寸法および形状は最終製品の形状に応じて異なるとよい。金型の内面は、WO 97/20028に記載のように、低い表面エネルギーのような良好な離型特性、または、他の性質を有する材料で、部分的または完全に、コーティングしてよい。このような材料の例は、フッ素プラスチック、フッ素重合体、シリコンおよび他のエラストマー材料を包含する。コーティングの厚みは好ましくは、1mm未満、より好ましくは、50ミクロン未満である。金型の内面は平坦、凹型または凸型、または他の何れかの所望の形状としてよい。形状は最終棒状物の外観を損なうことなく棒状物の収縮に適合できるようなものであってよく、例えば、極端な凸型の表面を

用いることもできる。

金型の内面には場合により突出部または陥没部の何れかとして、成型品表面上に所望の銘字またはロゴマークまたは模様の鏡像を備える。

成型品上の銘字の変形または損傷を伴わずに金型から成型品を容易に取り出すことができるように、銘字の鏡像の辺縁部分がダイ表面に対して厳密に垂直ではないが、適切な傾斜を有するように銘字を設計してよい。銘字またはロゴマークまたは模様の変形ならびに損傷を更に防止するために、内部ダイ表面の仕上げはバリや傷が無いものとし、好ましくは慎重に研磨する。

ダイ部を有する金型からの成型材料の漏出は、例えば、積層状態とするか、または、ガスケットを設けることにより、ダイの結合面をしっかりと合わせることで防止してよい。高粘度の材料の場合は、平面接触で十分である。2個のダイをナットとボルトを用いるか、何らかのクランプ機構、例えば、水圧機構によるかして、ともに保持する。あるいは、金型を側面からの力に耐えうるようにする別の格納手段に入るように、ダイ部の外面を傾斜面上を滑走できるようにする。高い付与圧力および保持圧力を使用する場合に良好な密封が達成されることが

重要である。

典型的には、金型は「ゲート」を有し、これは、金型の開口部であり、これを経て、洗剤組成物が金型のキャビティに給送される。この点に関し、ゲートは一方の面では金型キャビティに向けて開口しており、そして他方の面では圧力付与手段に直接または間接的に係合してよい。

洗剤組成物はランナ（またはスプル）チャネルを経由して圧力付与手段から給送してよい。この点に関し、ランナチャネルを加熱または冷却することが有益である場合がある。洗剤組成物はランナチャネルを用いることなく直接金型キャビティに給送してもよい。例えば、直接ノズルから給送してもよい。

金型は「ネック部」、即ちゲートにより金型キャビティから分離された短いチャネルを有してよい。洗剤組成物は金型ネック部を介して給送してよい。あるいは、洗剤組成物を給送するために、ノズルをネック部およびゲートを経由して金型キャビティに入れてもよい。

ダイ部を有する金型においては、ゲートおよび／またはネック部は全体が1つのダイ部内に存在するか、または2つ以上のダイ部の係合部上に形成してよい。ゲートは一方の面ではキャ

ビティに向けて開口しており、そして他方の面では、適宜ネック部を経由して金型に入るノズルを用いることにより、圧力付与手段に係合してよい。

金型は、充填終了時点で、または、外郭が形成される程度にまで金型内の材料が固化した時点で閉鎖できるように設計してよい。金型を気密性とすることにより、収縮作用を調節できる。好ましい実施形態においては、圧力付与手段により圧力が継続的に付与される間、ゲートは開口したままとなる。金型内の材料がなお加圧下にある間は、金型はゲートにおいて閉鎖してよい。

方法は、洗剤組成物が各金型に加圧下に射出され、その後、材料を更に固化するための冷却段階および再使用に供される前の脱金型段階を通過する供給ステーションを経て循環する複数の金型を有することにより、連続状態で実施してよい。

ダイ部を有する金型において、ダイ部は固化した洗剤棒状物の付着性に差が生じるように設計してよい。これによりダイが分割する際の金型からの棒状物の離型の方法で柔軟性が得られる。固化した棒状物のダイへの付着性の差は、例えば上記した特定のダイ部分をコーティングし、別の部分はコーティングし

ないか、または、種々の離型特性を有するコーティング剤を用いることにより得ることができる。

#### 排気

射出成型法においては、一般的に、排気、即ち、金型が充填される際に金型から空気を除去するための手段を設けることが必要である。金型排気部は種々の射出成型法、例えば熱可塑性樹脂産業において使用されている手法であり、このような手法は当業者に理解される通り本発明においても適宜使用してよい。

本発明においては、金型排気は単に金型内に排気手段、例えば、小型の孔部、またはスリットを設けることにより達成してよい。排気部は、金型の2つ以上のダイ部を合わせることで形成してよい。

あるいは、排気部は金型またはダイと一体化された部分であってよい。排気部は金型に充填される洗剤組成物がその地点で固化することにより閉鎖してよい。あるいは、少量の洗剤物質が排気部を通して金型から叶出してもよく、この物質

はその後除去すればよい。開閉でき、金型充填の間は開口し、金型充填終了後に閉鎖する排気手段を有することも可能である。金型とロゴマークに適当な形状を採用することにより金型からの空気

の流れを促進することも可能である。

本発明ではまた、金型に多孔質の材料を配合することにより排気部を提供する。本明細書においては多孔質の材料とは多孔質であるかまたは透過性であり、直径2～500ミクロンの範囲の細孔を有する如何なる材料も包含するものとする。好ましくは、細孔は5～50ミクロン、特に10～20ミクロンの範囲である。

多孔質の材料は金型またはダイ部の一部または全体を構成してよい。例えば、ロゴマークのみが多孔質材料からなってもよい。多孔質の材料を有する金型は熔融状態または非熔融状態で給送される洗剤組成物から棒状物を形成するために使用できる。

排気手段として金型内で使用する際に適する多孔質材料は、NEST Technologiesの一部門であるProtec North Americaより、または、スイスの会社であるPortec, Ltd. より入手できるMetapor F 100 ALという微香性空気透過性のアルミニウムである。別の多孔質ダイ材料はPorcerax IIであり、これはMold Steel, Inc., Erlanger, KY, USAより入手できる多孔質の鉄鋼である。棒状物の離

型はまた、例えば、金型が充填され、洗剤組成物が適切な程度まで固化した後に多孔質のダイを加圧するなどして、容易に行うことができる。

更に別の実施形態において、本発明では、充填の間、より好ましくはその前に、真空または部分真空により、金型内に存在する空気を除去する。

本発明の好ましい実施形態において、ノズルが金型に材料を給送する際に金型から空気が脱出できるための手段とノズルを組み合わせる。好ましい手段はノズルの長さ方向に平行に伸びるチャンネルである。このようなチャンネルはノズル

の最先端までは伸長しないが、ノズルの長さの大部分に適宜伸長する。ノズルが金型キャビティ内に洗剤組成物を給送する際に、空気は上記チャンネルに沿って金型の外まで流動することができる。好ましい実施形態においては、ノズルはキャビティが充填されるに従って金型のキャビティから退出する。ノズルが金型のゲートとともに実質的に接触する地点に到達した時点で、ノズル先端のチャンネルを有さない部分が有効な気密部となる。これにより必要に応じて保持圧力を付与することができる。

#### 棒状物の組成

射出成型に適する洗剤組成物は以下の成分を含む。

- (A) 合成非石鹸洗剤 10～60重量%；
- (B) 融点40～100℃の水溶性構造形成剤 0～60重量%；
- (C) 融点40～100℃の非水溶性構造形成剤 5～60重量%；
- (D) 水 1～25重量%；
- (E) 両性および／または双性の界面活性剤 1種以上、組成物全体の1～20重量%；
- (F) 非イオン性界面活性剤 1種以上、組成物全体の0～20重量%；
- (G) 石鹸 0～60重量%；
- (H) 以下に記載する他の任意の成分；
- (I) 総電解質 0～10重量%。

本発明の方法で使用するのに適する合成洗剤は、 $C_8-C_{22}$ の脂肪族スルホネート、芳香族スルホネート（例えば、アルキルベンゼンスルホネート）、アルキルスルフェート（例えば $C_{12}-C_{18}$ アルキルスルフェート）、アルキルエステルスルフェー

ト（例えばアルキルグリセリルエーテルスルフェート）のようなアニオン系界面活性剤を包含する。

適当な脂肪族スルホネートには、例えば、第一アルカンスルホネート、第一アルカンジスルホネート、アルケンスルホネート、ヒドロキシアルカンスルホネー

トまたはアルキルグリセリルエーテルスルホネート (AGS) が包含される。

使用できる他のアニオン系界面活性剤には、アルキルスルホスクシネート (モノおよびジアルキルを含む、例えば、 $C_6-C_{22}$ スルホスクシネート)、アルキルおよびアシルタウレート、アルキルおよびアシルサルコシネート、スルホアセテート、アルキルホスフェート、アルキルホスフェートエステル、アルコキシルアルキルホスフェートエステル、アシルラクテート、モノアルキルスクシネートおよびマレエート、スルホアセテートが包含される。

使用してよい他の界面活性剤はアシルイセチオネート (例えば  $C_8-C_{18}$ ) である。これらのエステルはアルカリ金属イセチオネートと炭素原子6～18個を有しヨウ素価が20未満の混合脂肪族脂肪酸との間の反応により調製する。混合脂肪酸の少なくとも75%が炭素原子12～18個を有し、25%未

満が炭素原子6～10個を有する。アシルイセチオネートはI l a r d i等の米国特許5393466号に記載のもののようなアルコキシル化されたイセチオネートであり、この文献は参考のために対象出願に組み込むものとする。

使用するアニオン系界面活性剤は好ましくは穏やかな、即ち、皮膚の外層である角質層に損傷を与えない界面活性剤である。第一アルカンスルホネートまたはアルキルベンゼンスルホネートのような刺激性の界面活性剤は一般的には使用を避ける。

適当な水溶性構造形成剤には、適切な融点 (例えば40～100℃、好ましくは、5～90℃) を有する中等度に高分子量のポリアルキレンオキシド、特にポリエチレングリコールまたはこれらの混合物が包含される。使用されるポリエチレングリコール (PEG) は2,000～2,500の範囲の分子量を有してよい。水溶性澱粉も包含される。

適当な不溶性構造形成剤は一般的に不飽和および/または分枝鎖の長鎖 ( $C_8-C_{24}$ ) の液体脂肪酸またはそのエステル誘導体; および/または不飽和および/または分枝鎖の長鎖の液体アルコールまたはそのエーテル誘導体である。カプリン酸またはカプリル酸のような短鎖の飽和脂肪酸であってもよい。使

用してよい液体脂肪酸の例は、オレイン酸、イソステアリン酸、リノール酸、リノレン酸、リシノール酸、エライジン酸、アリキドン酸、ミリストレン酸およびパルミトレイン酸である。エステル誘導体にはプロピレングリコールイソステアレート、プロピレングリコールオレエート、グリセリルイソステアレート、グリセリルオレエートおよびポリグリセリルジイソステアレートが包含される。

アルコールの例としてはオレイルアルコールおよびイソステアリルアルコールが包含される。エーテル誘導体の例には、イソステアレスまたはオレスカルボン酸；またはイソステアレスまたはオレスアルコールが包含される。組成物中使用するのに適する双性イオン界面活性剤は、脂肪族第四アンモニウム、ホスホニウムおよびスルホニウム化合物の誘導体として広く記載することができるものにより例示され、ここで、脂肪族基は直鎖または分枝鎖であり、そして脂肪族置換基の1つが炭素原子約8～18個を有し、1つがアニオン基、例えばカルボキシ、スルホネート、スルフェート、ホスフェート、またはホスホネートを含んでいる。

本発明で使用される両性洗剤は、少なくとも1つの酸基を有

する。これはカルボン酸またはスルホン酸の基であってよい。これらは第四窒素を有するため、第四アミド酸である。これらは一般的には炭素原子7～18個のアルキルまたはアルケニル基を有する。適当な両性洗剤には単純ベタイン類またはスルホベタイン類が包含される。

両性酢酸エステルおよびジ両性酢酸エステルもまた使用してよい双性および／または両性の化合物に含まれるものとする。

1つ以上のアニオン系および両性および／または双性のものの他に、界面活性剤系は場合により20重量%以下の濃度の非イオン系界面活性剤を含有してよい。

使用してよい非イオン系物質は、特に、疎水性の基と反応性の水素原子を有する化合物の反応生成物、例えば脂肪族のアルコール、酸、アミドまたはアルキルフェノールとアルキレンオキシド、特にエチレンオキシドを単独またはプロピレンオキシドとともに反応させたものである。特定の非イオン系界面活性剤化合物

は、アルキル ( $C_6-C_{22}$ ) フェノール-エチレンオキシド縮合物、脂肪族 ( $C_8-C_{18}$ ) 直鎖または分枝鎖の第一または第二アルコールとエチレンオキシドの縮合物、および、エチレンオキシドをプロピレンオキシドとエチレンジアミンの

反応生成物に縮合させることにより得られる生成物である。その他のいわゆる非イオン系洗剤化合物には、長鎖の第三アミノオキシド、長鎖の第三ホスフィンオキシドおよびジアルキルスルホキシドが含まれる。

非イオン系物質はまた多糖類アミドのような糖アミドであってもよい。具体的には、界面活性剤は、参照により本出願に組み込まれる *Au* 等への米国特許 5389279 号に記載のラクトビオナミドの 1 種であってよく、また、参照により対象出願に組み込まれる *Kelkenberg* への米国特許 5009814 号に記載の糖アミドの 1 種であってよい。

使用してよい他の界面活性剤はともに対象出願に組み込むべき参考例である *Parra Jr* への米国特許 3723325 号に記載のものおよび *Lenado* への米国特許 4565647 号に記載のアルキル多糖類非イオン系界面活性剤である。

非イオン系界面活性剤はまた疎水性部位で化学修飾された水溶性重合体であることもできる。例えば、EO-PO ブロック共重合体、POE (200) -グリセリルステアレートのような疎水修飾された PEG を対象発明の特許請求する組成物中

に含有させることができる。組成物は場合により更に通常の石鹸製造法により製造される石鹸 60% までを含有することができる。例えば、タロー、ココナッツ油、パーム油、米糠油、魚油または他の適当な長鎖脂肪酸源のような天然物のケン化により得られる生成物を使用してよい。石鹸は純粋な石鹸または中間相石鹸 (*middle phase soap*) であってよい。

更に本発明の組成物は以下に示す任意の成分を含有してよい。

有機溶媒、例えば、エタノールまたはプロピレングリコール、補助濃厚化剤、例えばカルボキシメチルセルロース、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ヒドロ

キシエチルセルロース、メチルセルロース、カーボポール、グルカミド、または、Rhone Poulenc社のAntil<sup>(R)</sup>；金属イオン封鎖剤、例えばエチレンジアミン4酢酸ナトリウム(EDTA)、EHDPまたは0.01~1%、好ましくは0.01~0.05%の量での混合物；および、着色料、白濁化剤およびパール光沢付与剤、例えばステアレート、ステアリン酸マグネシウム、TiO<sub>2</sub>、EGMS(エチレングリコールモノステアレート)またはLytron 621(スチレン/アクリレート共重合体)；これら

は全て、製品の外観や化粧品特性を向上させるために有用である。

組成物は更に2-ヒドロキシ-4, 2', 4'-トリクロロジフェニルエーテル(DP300)のような抗微生物剤；ジメチロールジメチルヒダントイン(Glydant XL1000)、パラベン、ソルビン酸等の保存料も含有してよい。

組成物はまたココナツアシルモノーまたはジエタノールアミドを石鹸ブースターとして含有してよく、そして塩化ナトリウムおよび硫酸ナトリウムのような強いイオン化塩も好都合に使用してよい。このような電解質は好ましくは0~5重量%、好ましくは4重量%未満の濃度で存在する。

抗酸化剤、例えばブチル化ヒドロキシトルエン(BHT)を約0.01%以上の量で適宜、好都合に使用してよい。

使用してよいカチオンコンディショナーはQuatrisoft LM-200 Polyquaternium-24、Merquat Plus 3330-Polyquaterinium 39；およびJaguar<sup>(R)</sup>タイプのコンディショナーである。

使用してよいポリエチレングリコールとしては、Polyox

WSR-205 PEG 14M、Polyox WSR-N-60K PEG 45M、Polyox WSR-N-750 PEG 7Mおよび分子量300~10,000ダルトンのPEG、例えば商品名CARBOWAX SENTRYとしてUnion Carbide社より販売されているものが包含される

。

使用してよい濃厚化剤にはAmerchol Polymer HM 1500 (ノノキシニルヒドロエチルセルロース) ; Glucam DOE 120 (PEG 120 メチルグルコースジオレエート) ; Rewo Chemicals社のRewoder<sup>(R)</sup> (PEG修飾グリセリルココエート、パルメートまたはタロエート) ; Antil<sup>(R)</sup> 141 (Glodschmidt社) が含まれる。

粘土類およびパラフィンワックス。

添加してよいその他の任意の成分はMontagueへの米国特許51475762記載されているもののような崩壊性重合体であり、これは参考により本明細書に組み込まれる。

含有してよい他の成分はえポリオキシエチレンビーズ、ウオルナッツ殻およびアブリコット種子のような剥離剤である。本

発明の洗剤組成物は香料および着色料のような典型的な既知の添加物を含有してよい。

添加物および有益成分

棒状物の消費者知覚特性を向上させるために、有益成分および／または他の添加物を組成物に配合することが望ましい場合がある。皮膚有益成分は、洗剤組成物が皮膚に適用された場合に皮膚に付着し、皮膚に対して望ましい特性を付与ないしは維持する洗剤組成物中に含有される物質として定義される。

本発明で使用する洗剤組成物が例えば水分補給成分のような有益成分を含有することが特に好ましい。

典型的には、このような有益成分は洗剤組成物とは実質的に非混和性であり、区別された区分に存在するのが望ましい。洗剤組成物が注型法における場合のように流体状態の場合は、有益成分と流体洗剤混合物との間の密度の差があれば、それは、注型後の金型内に存在する場合のような非攪拌系においては相分離をもたらす場合がある。有益成分は単一成分相として、または、組成物の成分の一部とともに存在してよい。

有益成分に関わる問題点の1つは、それらが皮膚に付着するより前に、泡立つ界面活性剤により洗い落とされてしまう点で

ある。これを回避する1つの方法は有益成分を棒状物内に不均質に、例えば、区分として、分散させ、棒状物が皮膚に擦り付けられる際に有益成分が直接移行するようにすることである。有益成分が不均質に分散している場合により多くの有益成分が皮膚に付着するということは広く受け入れられていることである。

更にまた、洗浄過程において皮膚への付着を最適にするために、最終棒状物製品における有益成分の占める区分の大きさを調節することが望ましい。流体系においては、特定の大きさの液滴を安定化させることは困難である。

このような区分は大きさが1ミクロン～5mmである。好ましくは、区分の大きさは例えばWO96/02229号に記載の通り、15～500ミクロンである。より好ましくは、区分の大きさは50～200ミクロンである。

本発明者等は、本発明の方法は、特に洗剤混合物が半固体の状態の場合に、洗剤混合物への有益成分の配合に特に適していることを発見した。好ましくは有益成分は洗剤組成物を供給するための手段において洗剤組成物に添加する。洗剤組成物を供給するための手段がスクリュースクリュー供給部を有する場合は、有益成

分はスクリュースクリュー供給部の如何なる適当な部位において添加してもよい。本発明の装置を用いる際、装置内に温度特性が存在する場合は、有益成分を添加する温度を選択することも可能である。従って選択された粘度の流動塊に有益成分を導入することが可能である。適切な装置および工程パラメーターを用いることにより、選択された混合および構造形成の段階に有る材料の流動塊に有益成分を導入することも可能である。

更にまた材料を混合した後に材料にかかる剪断（混合）力を調節することも可能であり、これにより、有益成分の区分の大きさを調製することができる。本発明者等は本発明の方法により添加される有益成分は最終洗剤組成物棒状物内において非球状領域として存在することができることを発見した。一般的にこの領域は伸長型であることがわかっている。

洗剤組成物と実質的に非混和性である例えば有益成分のような物質を含有する棒状物製品は、本質的に二相系である。1相は単に有益成分を含有し、もう一方の相は洗剤組成物を含有する。あるいは、有益成分は洗剤組成物の1種以上の成分との相互作用により、別の有益成分含有相を形成してもよい。

従って、別の実施形態において、本発明は、洗剤組成物およ

び有益成分のような洗剤組成物と非混和性の成分を含有し、非混和性の成分が非球状領域に存在する、本発明の方法で得られる洗剤棒状物を提供する。香料または着色料のような他の成分もまた同様に導入してよい。

有益成分には、皮膚に水分を補給し、状態を整え、あるいは保護する成分が含まれる。適当な有益成分には水分補給成分、例えば、皮膚軟化剤／オイル類が含まれる。皮膚軟化オイルとは皮膚を軟化させ、水分含有量の低下を遅延させることにより軟質状態を保持する、および／または皮膚を保護する物質を意味する。

好ましい有益成分には以下に示すものが包含される。

シリコーン油、ガム類およびその変性物、例えば線状または環状のポリジメチルシロキサン；アミノ、アルキル、アルキルアリアルおよびアリアルシリコーン油。使用するシリコーン油は1～100,000センチストークスの範囲の粘度を有する。

天然の脂肪および油脂を包含する脂肪および油脂、例えばホホバ油、大豆油、米糠油、アボカド油、アーモンド油、オリーブ油、ゴマ油、パーシク（persic）油、ひまし油、ココナツ油、ミンク油、アラキス油、コーン油、綿実油、パーム

仁油、なたね油、サフラワー油およびヒマワリ油；カカオバター、ビーフタロー、ラード；上記油類を水素添加することにより得られる硬化油；および合成のモノ、ジおよびトリグリセリド、例えばミリスチン酸グリセリドおよび2-エチルヘキサン酸グリセリド；

ワックス類、例えばカルナウバ、鯨蠟、蜜蝋、ラノリンおよびこれらの誘導体

疎水性植物エキス；

炭化水素、例えば、液体パラフィン、ペトロラタム、微結晶ワックス、セレシン、スクアレンおよび鉱物油；

高級アルコールおよび脂肪酸、例えば、ベヘン酸、パルミチン酸およびステアリン酸；ラウリル、セチル、ステアリル、オレイル、ベヘニル、コレステロールおよび2-ヘキサデカノールアルコール類；

エステル類、例えば、セチルオクタノエート、セチルラクテート、ミリスチルラクテート、セチルパルミテート、ブチルミリステート、ブチルステアレート、デシルオレエート、コレステロールイソステアレート、ミリスチルミリステート、グリセリルラウレート、グリセリルリシノレエート、グリセリルステ

アレート、アルキルラクテート、アルキルシトレート、アルキルタートレート、グリセリルイソステアレート、ヘキシルラウレート、イソブチルパルミテート、イソセチルステアレート、イソプロピルイソステアレート、イソプロピルラウレート、イソプロピルリノレエート、イソプロピルミリステート、イソプロピルパルミテート、イソプロピルステアレート、イソプロピルアジペート、プロピレングリコールモノラウレート、プロピレングリコールリシノオレエート、プロピレングリコールステアレートおよびプロピレングリコールイソステアレート；

精油類、例えば、魚油、メンタ、ジャスミン、ショウノウ、ホワイトシーダー、ビターオレンジピール、リュウ（ryu）、テレピン油、シナモン、ベルガモント、シトラスウンシュウ、カラムス、パイン、ラベンダー、ベイ、クローブ、ヒバ、ユーカリプタス、レモン、スターフラワー、タイム、ペパーミント、ローズ、セージ、メントール、シネオール、オイゲニオール、シトラール、シトロネラル、ボルネオール、リナロール、ゲラニオール、イブニングプリムローズ、ショウノウ、チモール、スピラントール、ピネン、リモネンおよびテルペノイド油；

脂質類、例えば、コレステロール、セラミド、スクロースエ

ステルおよびE P-A-556957号に記載のシェードセラミド；

ビタミン類、例えばビタミンAおよびE、およびビタミンアルキルエステル類、例えばビタミンCのアルキルエステル類；

日焼け止め剤、例えばオクチルメトキシシシンナメート (P a r s o l M C X) およびブチルメトキシベノイルメンタン (P a r s o l 1789) ；

リン脂質類；および、

上記成分の何れかの混合物。

皮膚軟化剤が構造形成剤としても機能する場合は、2重に含有すべきではなく、即ち、例えば、構造形成剤が15%オレイルアルコールである場合は、皮膚軟化剤（皮膚軟化剤または構造形成剤の何れとして機能するかに関わらず）は組成物の20重量%を超えない、好ましくは15重量%を超えないものとするべきであるため、5%を超えない「皮膚軟化剤」としてのオレイルアルコールを添加するものとする。

皮膚軟化剤／オイルは一般的に組成物の約1～20重量%、好ましくは1～15重量%の量で使用する。一般的に、組成物の20重量%を超えないものとする。

本発明はまた添付する図により更に説明することができる。

#### 図面の簡単な説明

図1は本発明の方法において使用する装置（側面図、レシプロケーティング単軸スクリュー押出機）である。

図2は本発明の別の装置（平面図、2軸スクリュー押出機）である。

図3は本発明の別の装置（側面図、2軸スクリュー押出機、インライン低剪断射出ヘッド、脱気域および固体供給スタッフ付）である。

図4は図2の装置（充填中に金型を移動させるための装置）を端部から見た図である。

図5は本発明の方法で使用する装置（平面図、単純ラム押出機）である。

図6は本発明の金型ダイの内部構造を示す。

図7は金型の外部構造を示す。

図8は金型の更に別の実施形態を示す。

図9は洗剤成型システムの模式図である。

#### 図面の詳細な説明

図1は全体を(1)で示す本発明で使用する洗剤材料用の射

出成型装置を示す(Sandrettoシリーズ7HP 135射出成型機)。

装置は従来の粒状固体洗剤組成物を供給するための手段(2)を有する。図示した手段は一般的にスタッフィングポットとして知られており、粒状洗剤材料の流動性塊を圧迫するピストン(3)を有する。粒状材料はスタッフィングポットからスクリュースクリュー供給装置にむけて流動する。スクリュースクリュー供給装置は円筒形中空部(5)を有する胴部(4)を有する。胴部内には単軸スクリュースクリュー(6)(直径50mm、ドウ成型コンパウンドスクリュースクリュー)が設けられている。連続的にスクリュースクリュー(6)を回転させるための手段(図示せず)が設けられている。スクリュースクリューは80~100rpmの速度で回転する。スクリュースクリュー(6)の回転により洗剤組成物は黒矢印で示す方向に流動する。液体(7)用の管の形態の独立制御可能な加熱手段が胴部(4)の周囲に設けられている。加熱手段(7)は洗剤組成物の温度をそれが加圧下で粘性を示すことなく給送できるような水準まで上昇させる。胴部(4)に沿った温度特性は段階的である。

胴部(4)の遠位の端部では中空部(5)の直径が減少してノズル(8)となり、これに洗剤棒状物の形態に設計された金

型キャビティを有する2部材型アルミニウム金型(9)を取り付けることができる(取り付け手段は図示せず)。

操作中、スクリュースクリュー(6)は、円筒型中空部(5)内のその端部にあるアキュムレーション域(10)を残しながら胴部(4)内で移動する。

操作の際には、チルロール、ヌードル形成板を有するプロッター等のような当業者に既知の装置を用いて洗剤組成物を小粒子(平均粒径1~10mm)に調製できる。粒状洗剤組成物をスタッフィングポット(2)内に供給することにより、これをスクリュースクリュー供給部に供給する。スクリュースクリュー(6)は継続的に回転して中

空部（５）に沿って洗剤材料を輸送する。輸送の間、洗剤材料の温度は加熱手段（７）により上昇させ、これにより、射出部位においては周囲温度～７０℃となるようにする。

円筒形中空部（５）の軸に沿って供給スクリュー（６）を移動させるための手段（図示せず）が設けられている。

操作中、高温の流動可能な洗剤組成物を区域（１０）に供給する。洗剤組成物がこの区域に蓄積するに従って、それはスクリュー（６）を強制的にノズル（８）から離れさせ、これにより、空間（１０）の容量が増大する。

空間（１０）に十分な量が蓄積した時点で、スクリュー（６）は水圧手段（図示せず）によりノズル（８）にむけて駆動され、これにより高温の洗剤組成物には圧力が付与され、これはノズルを経て金型（９）に給送される。チェック弁（図示せず）を設けることにより、スクリューに沿った逆流を防止する。

金型が充填された後、必要に応じてこれが冷却する際にも金型に対する圧力を維持してよい。これにより金型内の洗剤の容量は冷却によるその収縮の際にも維持される。

次に金型をユニットから取り外し、必要に応じて冷却した後に開放する。

金型冷却手段を用いて金型内の洗剤組成物の冷却を加速してよい。例えば、ドライアイス、氷水バスまたは冷水を用いて金型を前冷却または後冷却した後に、離型してよい。

図２は本発明の実施形態の側面図である。全体は（１１）で示す。装置（１１）は好ましくは液体の形態で供給される洗剤組成物を供給するためのものである。しかしながら、装置（１１）は適当な供給手段を設ければ固体で洗剤組成物を供給するために使用することもできる。

管１２は例えば製造工程の別の段階から液体の洗剤組成物の

供給物を受領するために設ける。管（１２）は押出機（１３）に連結されている。押出機（１３）内には２つの相互にかみあい共同して回転する供給スクリュー（１４）、（１５）が有り、各々が単一の羽根を有する。スクリューの端部には

1セットの中剪断混合部が設けられており、これは、3つの3ローブパドル（26）および3つの「融溶ディスク」（27）を有し、これにより背圧とある程度の混合をもたらす。温度制御手段は押出機（13）の胴部の周囲のジャケット付区域（16）に設けられている。温度制御手段は液体冷却剤用のチャンネルと加熱用の電気ユニットを有する。押出機の区域Aの温度制御手段は低温、例えば30℃に維持され、これにより固体洗剤組成物の形成を促進し、これによりスクリュー（14）および（15）の軸の端部が密封される。Bを付した区域の温度制御手段は高温とし、これにより洗剤組成物を溶融状態に維持し、供給地点における遮蔽を防止する。Cを付した区域（即ち押出機全長における残りの部分）の温度制御手段（16）は洗剤組成物を徐々に所望の温度まで馴染ませるためのものである。

弁連結部（17）が設けられており、これを介して、射出チャンバー（19）2つを有する射出ヘッド（18）に洗剤組成

物が供給される。射出チャンバー（19）は牽引可能なピストン（20）を有するシリンダを有する。射出ヘッド（18）はノズル（21）を有し、これは図4との関連において後述する。連結部（17）、射出ヘッド（18）および射出チャンバー（19）には全て、温度制御のための電気加熱機（図示せず）が設けられている。

操作において、90～95℃の温度の洗剤組成物の溶融供給物を供給キャビティ13内に供給し、共同回転するスクリューにより黒矢印の方向に駆動され、連結部（17）を通して射出チャンバー（19）に至る。この地点において、温度は70℃未満となる。操作の第一段階の間、洗剤材料は射出チャンバーに蓄積し、ピストン（20）は同時に排除される。適量の洗剤組成物が蓄積した時点で、ピストン（20）が水圧（図示せず）により作動し、これにより洗剤組成物は圧力を付与され、これはノズル（21）を強制的に通過させられ、金型に至り、後に記載する経過をとる。

図3は本発明の実施形態の側面図である。全体は（28）で示す。装置は、図2に記載の通り、相互にかみあい共同して回転する各々1羽根の供給スクリュー

## 2つを有する押出機を有す

る。2つの相互にかみあうスクリュウの全体の形状は特定の用途に応じて選択できる。スクリュウの端部には1セットの中剪断混合混練部がやはり図2に示す通り設けられている。混合混練部は種々の間隔の搬送スクリュウ部の間に間隔を置いて配置される。液体冷却剤用チャンネルと電気加熱手段を有する温度制御手段は押出機の胴部の周囲のジャケット付の区域の近傍に設けられている（図2と同様）。

装置は、選択された供給部の配置に応じて、液体、半固体または固体の材料を供給物として受領できる。粒状洗剤材料は固体供給機（29）を介して押出機の区域Dに供給される。流体の材料は液体供給手段（30）により押出機の区域Eに供給される。脱気口（31）は押出機の区域Hに図示されている。押出機の区域Jには、押出機に固体補助物質を給送するための固体供給手段（32）が図示されている。区域Kにはポンプ（図示せず）による液体添加物の導入のための管（33）が図示されている。押出機の区域は相互に変換できるため、固体、液体および添加物の供給物はスクリュウの長手方向に沿った何れの部位において導入してもよい。1種または多種の供給物を供給して特定の製品を得てよい。

押出機の吐出部では、3方向弁（34）を用いて試料採取と再使用を行う。この弁が直通通過位置にある場合は、押出機から出たコンディショニングされた材料は円筒形のチャンバー（37）およびピストン（38）を有するアキュムレーター（36）に入る。シリンダー（37）内のピストン（38）の位置はアキュムレーターを出入りする材料の流動に応じて変化する。ピストン後方の空気圧はアキュムレーター内の材料を一定圧力に維持し、これにより、押出機から出る連続流と射出ヘッド（39）の断続的受領との間に緩衝域を与える。3方向弁（34）およびアキュムレーター（36）には温度制御ジャケットが設けられている。

射出ヘッドはその軸を垂直にして押出機に直行するように配置されている。これには温度制御手段（図示せず）が設けられている。

射出ヘッド（39）を水圧アクチュエータ（40）、アクチュエータに連結したスピンドル（41）、導入チャンバー（42）、射出チャンバー（43）、非返送リング型チェック弁（44）および射出弁（45）を有する。ノズル（46）および金型（9）も図示する。ノズルおよび金型は必要に応じて射出前に予備加

熱することができる。

材料投入状態では、射出弁（45）は閉鎖されている。リング型チェック弁上部の圧力は下部の圧力より大きく、弁はその下方弁座にむけて移動する。この部位では、材料は射出スピンドルとシリンダー壁部の間、リング型チェック弁を通過して流動する。射出スピンドルがアクチュエータの運動により上方に向けて水圧により移動するに従い、調製された材料は射出チャンバー内に流入する。材料投入工程はスピンドルが完全に上昇した時点で完了する。

スピンドルの直径を最小限（機械的強度の制限範囲内）とすることにより、流動のための面積が最大限となり、これにより、流動中の材料に対して最小限の伸張性剪断力を与えるのみとなる。

弁下部の圧力が上部の圧力を超える場合、弁は上方弁座に向けて移動し、射出チャンバーを導入チャンバーから隔離する。この時点で、機械は射出を開始する。この受動弁システムにより導入調節弁の必要が無くなり、金型に向けて、先入れ先出し方式の材料の流れがもたらされる。

射出状態では、射出弁（45）を開放し、シリンダーを水圧

により下方に駆動し、射出チャンバー内の圧力を導入チャンバーの圧力より高くする。これによりリング型チェック弁が閉じる。スピンドルアクチュエータとともに下方に移動するに従い、材料は射出チャンバーから開放射出弁を通り、ノズル（46）を経て金型に至る。

金型に給送される材料の容量は、水圧アクチュエータのストロークにより決定される。材料が金型に給送される際の材料の速度は、水圧により決定される。

付与圧力は射出ヘッド（39）内部の適切な位置で測定する。図3の装置を使

用する場合は、付与圧力はアクチュエーターにより測定した。更に、ノズルの直前の位置の圧力も測定した。これは表3～5に示す通り「射出圧力」として記録する。

図4は図2の装置の端部図である。しかしながら、ノズルと金型の配置は図3の装置にも等しく適用できる。ノズル(46)は図の上部に、射出チャンバー(19)およびピストン(20)とともに示す。

金型(9)も図示する。ノズル延長部(47)は上部の孔を通して金型(9)の金型キャビティ(48)に至る。金型(9)は水圧系(50)または手動により上下に移動可能なプレート

(49)上に搭載されている。

使用時には、ピストン(20)を作動させて射出シリンダーから加圧下に洗剤組成物を給送し、洗剤組成物はノズル(46)およびノズル延長部(47)を通過して流動し、金型キャビティ(48)に至る。ピストン(20)の前進速度はプレート(49)の牽引速度と関係している。その結果、金型キャビティ(48)が洗剤組成物で充填されるに従って金型(9)は下降する。圧力下に流動する洗剤組成物は金型キャビティの底部に充填される傾向がある。プレート(49)の牽引速度を調節することにより、ノズル延長部(47)の先端が常時金型キャビティ(48)内の洗剤組成物の表面の直下に有るようにする。これにより良好な充填性が得られる。

あるいは、等しく良好な充填性はプレート(49)の代わりにノズル(46)を移動させることによっても得られる。ノズルを金型キャビティ(48)の基部に向けて移動させ、金型キャビティが洗剤組成物で充填されるに従って金型から引き上げる。

好ましい実施形態においては、ノズルに約1mmの深さの一連の垂直溝部(51)を設けることによりこれに縦溝を施す。

これらはノズルの上部から先端より約10mmまで伸びる。ノズルが金型内にある場合には空気は溝部を通過して金型から出ることができる。ノズルが引き込ま

れている場合は、金型はノズルにより密封され、金型内の圧力が維持される。

図5は本発明の方法で使用する単純ラム押し出し装置を示す。試料貯蔵容器または胴部(52)は室温(RT)~100℃の範囲に試料を加温(53)および温度維持するための設備を有する。駆動機構および速度制御装置(55)に沿ってプランジャ(54)が設けられている。圧力指示器-伝達器(56)を貯蔵容器底部に設ける。

ランナ(57)の一端は貯蔵容器底部に螺子連結している。ランナのもう一端は螺子ボルトを用いて金型(59)のゲート(58)に連結されている。充填前に金型を排気するために、吐出キャピラリ(60)に真空ポンプが連結されている。

図6はアルミニウム製の金型のダイ(61)を示す。ダイには約60mlの容量のキャビティ(62)が設けられている。キャビティの内面は凸面となっており、射出成型棒状物の表面に付すべき銘字(63)の鏡像を与える突出部を有する。キャビティの内面は厚み35ミクロンのPTFE(64)でコーティ

ングされている。2つのダイが結合すると射出成型錠剤の最終形状に相当するように形成されたキャビティがゲート(65)を介して開放される。このゲートは供給貯蔵容器-をランナを通じてキャビティに連結する。金型からの材料の漏出はダイの結合面に沿ってガスケット(66)を設けることにより防止する。直径1.5mmのキャピラリが金型を真空ポンプに連結する。キャビティから遠位にあるキャピラリの端部は螺子山(68)を有して弁に連結しており、弁が真空ポンプに連結する。弁の閉鎖により金型排気後の金型内部の高い射出圧力が得られる。ダイには2つのダイをボルト結合するための孔部(69)が設けられている。

図7は結合した図5の2つのダイを有する金型の外面を示す。ダイには冷却効率を高めるためのフィン部/リブ部(70)が設けられている。

図8はダイ(71)の外面が傾斜することにより、射出圧力に耐えるために金型のダイがハウジング(72)の内部傾斜面上を滑走できるようになった本発明の金型の別の実施形態を示す。

図9は供給貯蔵容器(73)およびコンベヤ(75)上に搭

載された複数の金型(74)を有する本発明の洗剤成型系を示しており、これにより本発明の方法を実施するには、上記金型を貯蔵容器一を通して循環させ、そこで洗剤組成物を加圧下金型内に射出し、その後冷却段階を経て、完全に固化し、離型(76)した後、再使用する。

本発明は以下の実施例により更に説明されるがこれらに限定されない。

### 実施例

#### 実施例1

3箇所の温度制御域を有する「SANDRETTOシリーズ7HP135」という市販品である図1のレシプロケーティングスクリュウ射出成型ユニットを用いた。機械には50mmのドウ成型コンパウンドスクリュウおよび胴部が付されている。供給手段は従来のスタッフィングポットまたは材料に適した手動の供給部を有するものとした。スクリュウの回転数は80~100rpmとした。

金型(9)は棒状物の形状を決定する一対のアルミニウム金型部を有するものとした。これらは洗剤棒状物のダイスタンピングに従来使用されているものであるが、ノズルを捕獲する寸

法を有する供給孔部および充填の間に排気を行うための金型内の適切な場所の小型孔部を付加するという改造を施した。

洗剤製剤A、BおよびCを射出成型した。

製剤Aは以下の処方とした。

	有効重量%
直接エステル化脂肪酸イセチオネート	27.00
パルミチン酸/ステアリン酸ブレンド	17.00
ココアミドプロピルベタイン	5.00
マルトデキストリン	10.00
ステアリン酸ナトリウム	6.00
PEG8000	21.62

PEG300	2.05
PEG1450	4.95
水	4.50
イセチオン酸ナトリウム	2.16
少量の添加物（保存料、香料、着色料等）	1.72
合計	100.00

製剤Bは1996年9月の日付の施された市販のUK Lux石鹼の白色の粉砕されたものを用いた。

製剤Cは1996年6月の日付の施された市販のDoveビューテーパーの粉砕されたものを用いた。

洗剤組成物を小型粒状物（粒子の大きさは約1～10mm）の形態でスタッピングポットに供給した。このような粒状材料は市販の棒状物を細切りにするか、市販のチルロールまたはプロッター／ヌードラー装置を用いて得ることができる。同じ実験において、洗剤組成物を手動によりユニットに供給した。次に射出成型装置を用いて洗剤組成物を金型に射出した。洗剤組成物は金型に侵入する際には半固体の状態であった。金型は氷水で予備冷却し、乾燥した後に充填した。周囲温度で数分置いた後、金型を射出成型機から取り外し、開放した。棒状物の特性は金型からの離型の容易さおよび表面の外観について評価した。結果を以下の表1に示す。図1の射出成型装置は短時間の後に金型より容易に離型し優れた表面外観の点でも満足できる洗剤棒状物の製造に適していることがわかる。

## 実施例2

直径40mmのスクリューを有するBETOL共同回転2軸スクリュー押出機と8箇所温度制御域を有する図2の装置を用いた。連結弁17と射出ヘッド組立体（18、19、20）

の温度も制御した。

本発明の新規なピストン型の射出装置をスクリュー押出機の端部に装着した。以下に示す洗剤組成物を溶融形態で調製し、Bran and Luebbeの

計量ポンプを用いて押出機に供給した。溶融供給物の温度は90～95℃であった。これを攪拌加熱供給ポット中に保持した。

充填の間、金型は手動によるか、本発明の図4の金型移動機構を用いて水圧により移動させた。

洗剤製剤DおよびEを射出成型した。

製剤Dは以下の処方とした。

	有効重量%
直接エステル化脂肪酸イセチオネート	38.0
プロピレングリコール	21.5
ステアリン酸ナトリウム	12.2
パルミチン酸ナトリウム	12.2
水	16.1
合計	100.00

製剤Eは以下の処方とした。

	有効重量%
直接エステル化脂肪酸イセチオネート	27.8
ステアリン酸ナトリウム	14.6
プロピレングリコール	17.8
ステアリン酸	12.8
PEG8000	9.7
ココアミドプロピルベタイン	4.9
パラフィンワックス	2.9
イセチオン酸ナトリウム	0.4
水	5.6
少量の添加物（保存料、香料、着色料等）	2.5
合計	100.00

装置を使用して一定範囲の温度に渡り洗剤棒状物を形成し、これをその後金型より離型し、金型からの離型性および表面特性を確認した。結果を表2に示す。

図2の装置を用いて良好な品質の洗剤棒状物が製造できることが明らかである。

表 1

製剤	区域温度 (°C)		吐出部	充填温度 (°C)	金型容量 (m l)	充填前金型温度	易離型性	表面の外観
	導入部	中央部						
A	40	50	50	50	~75	10~15	極めて容易	優
B	45	55	65	60.6	~75	10	容易	満足できる; 流動線が見える; 良好な光沢れている
C	40	50	50	46.8	~100	11	容易	満足できる、一部の流動線が見える

表 2

製剤	区域温度 (°C) (*1)	充填温度 (°C)	金型容量 (ml)	充填前金型温度 (°C) (*2)	易離型性	表面の外観	コメント
D	32,100,80,70,70,70,70,45,45	49	100	7	容易	良好；僅かな流動線	金型は手動で移動
E	30,100,80,70,70,70,65,35,55,55	47	100	10	粘着性がある が離型可能	満足できる	金型は水圧で移動
E	30,100,80,70,70,70,62,47,60,60	60	75	-5	容易	良好	金型は水圧で移動
F	27,100,80,73,65,61,37,45,60,60	61	75	20	きわめて僅かな付着	良好	金型は水圧で移動

表 1 および 2 の注記

\*1 温度域は 1、2 (供給部)、3、4、5、6、7、8 (混合部)、9 (弁連結部および射出ヘッド)、10 (シリンダ)。

\*2 金型の冷却はドライアイス (-5°C 近傍の温度)、氷水バス (10°C 未満の温度)、および、水または周囲大気 (10°C より高温) と接触させることにより行った。

## 実施例 3

直径40mmのスクリューを有するBETOL共同回転2軸スクリュー押出機、8箇所温度制御域、および低剪断のインラインの射出ヘッド有する装置を図3に示すとおり使用した。洗剤組成物Eを熔融形態(95℃)で調製し、攪拌加熱供給ポット中に保持した。次にこれをBrann & Luebbeの計量ポンプを用いて押出機の区域Eに供給した。洗剤組成物BはKtron供給器を用いて直系4mmのヌードル状物として区域Dに周囲温度で供給した。最大射出圧力および保持時間を記録した。結果を表3に示す。

洗剤組成物は金型に侵入する際には半固体の状態であった。全ての実験において、充填前の金型は周囲温度であり、冷却は特定時間金型の外周にドライアイス充填し、更に5分間金型を周囲温度に維持することにより行った。

これらの実験は、金型からの棒状物の離型を犠牲にすることなく、充填後に保持圧力を用いることにより棒状物の表面特性を向上させることができることを示している。

三  
集

製剤	区域温度 (°C) (*1)	充填温度 (°C)	金型容量 (g)	ドライアイス 冷却時間 (分)	易離型性	保持時間 (秒)	最大射出圧力 (psig)	外觀
E	70, 70, 70, 70, 70, 70, 70, 70, 70, 7 0	70	100	2	容易	6	44	グリース光沢のある表面；良好な棒状物
E	31, 95, 80, 70, 60 , 50, 45, 55, 55, 5 5	53	125	0.5	一方に僅かな付着	0	206	主に片側に凹み形成
E	31, 95, 80, 70, 60 , 50, 45, 55, 55, 5 5	53	125	0.5	容易	1	260	きわめて僅かの凹み
E	31, 95, 80, 70, 36 0, 50, 45, 55, 55, 55	52	125	0.5	容易	6	204	凹み無し；極めて良好な表面
E	31, 95, 80, 70, 60 , 50, 45, 55, 55, 5 5	53	125	0.5	容易	6	234	凹み無し；極めて良好な表面
E	50, 50, 50, 50, 50 , 50, 50, 50, 50, 5 0	50	100	0.5	容易	6	771	満足できる；一部流動線あり

表3の注記

\*1 温度域は1、2 (供給部)、3、4、5、6、7、8 (混合部)、9 (弁連結部およびアキュムレーター)、10 (射出ヘッド)。

### 实施例 4

有益成分を同時に添加しながら洗剤製剤Eを射出成型した。

図3の装置を用いて、2種のシリコーン油（粘度100および6000センチストークス）を別の実験の2軸スクリュウ押出機に導入した。シリコーン油の流量はSeepexポンプで制御することにより、最終棒状物中のシリコーン油が2～15重量%の濃度となるようにした。実験の一部では染料をシリコーン油の流れに添加し、棒状物中のその存在を実験中目視確認できるようにした。洗剤組成物は金型に侵入する際には半固体の状態であった。形成した棒状物は同条件下で油を含有しない対照部分と同程度に容易に金型より離型した。

金型は充填前は周囲温度であり、実施例3で記載した通り冷却を行った。

高解像度プロトンNMRを用いて棒状物内のシリコーン油の分布を測定した。NMR測定は棒状物内の異なる6箇所（3箇所は内部、3ヶ所は表面）から抽出した試料を用いて行った。結果を表4に示す。

その後の顕微鏡分析により、シリコーン油は液滴ではなく不規則な形状を有する区域として棒状物内に存在することがわか

った。区域の平均容積の指針として、試料を加温し油を液滴として流出させ、その直径を求めた。これは油の粘度（低粘度ほど小型の区域となる）および混合域における混合方法（プレーンヘリカルスクリュウ羽根は混練／混合部品よりも大型の区域を与える）により異なり、区域の大きさを制御することが可能であることを示している。

表 4

製剤	区域温度 (°C)	充填温度 (°C)	シリコーン油(cst)	油添加量	最大射出圧力	保持時間 (秒)	ドライアイス冷却時間 (分)	コメント
E	32, 95, 80, 72, 65, 60, 55, 55, 55, 55	55	60,000 10 重量%	G	299	6	1	平滑で乾燥した表面; 良好な仕上げ; 僅かな凹み形成; 容易な離型
E	32, 95, 80, 72, 65, 60, 55, 55, 55, 55	55	60,000	G	323	6	1	良好ないしは優れた棒状物; 容易な離型; 金型表面に油
E	32, 95, 80, 72, 65, 60, 55, 55, 55, 55	55	100 5 重量%	K	358	6	1	良好ないしは優れた棒状物; H <sup>1</sup> -NMRによればシリコーン油は 1.69~1.95 重量%存在 (平均 1.85 重量%)
E	32, 95, 80, 72, 65, 60, 55, 55, 55, 55	55	6,000 15 重量%	K	367	6	1	容易な離型; 良好な表面; 僅かに粘着性の触感; H <sup>1</sup> -NMRによればシリコーン油は 14.2~17.7 重量%存在 (平均 15.8 重量%)
E	32, 95, 80, 72, 65, 60, 55, 55, 55, 55	53	100 10 重量%	K	376	6	1	容易な離型; 金型表面にグリース光沢のある残留物; 優れた棒状物
E	30, 100, 80, 70, 70, 60, 55, 45, 50, 50,	50	100	K				混合部不使用; H <sup>1</sup> -NMRにより測定したところ、棒状物内に移動相存在

## 実施例 5

図 3 の装置を用いて、製剤 F の棒状物を射出成型により製造した。

製剤Fは以下の処方とした。

	有効重量%
直接エステル化脂肪酸イセチオネート	7.60
ステアリン酸ナトリウム	4.75
SLES-3EO	11.87
脂肪酸	4.26
PEG8000	9.49
ココアミドプロピルベタイン	11.87
グリセロールモノステアレート	20.64
グリセロールモノラウレート	20.64
水	3.79
ヒマワリ油	4.75
少量の添加物	残余
合計	100.00

洗剤組成物は金型に侵入する際には半固体状態であった。充填時の金型の温度は周囲温度であった。

表 5

製剤	区域温度 (°C)	充填温度 (°C)	金型容量 (g)	ドライアイス冷却時間 (分)	易離型性	保持時間 (秒)	最大射出圧力 (psig)	外観
F	24, 55, 55, 50, 50, 45, 40, 40, 40, 40	40	100	5	離型困難	6	232	良好な棒状物
F	31, 70, 70, 55, 45, 35, 35, 35, 35, 35	35	100	1	ロゴマーに僅かな付着	0	138	良好な棒状物

## 実施例 6

図 5 に示すラム押出機を用いて 2 種の代表的な家庭用洗浄洗剤製剤 G および H

を射出成型した。

製剤 G は以下の処方とした。

	有効重量%
石鹼	76.7
水	22.0
TiO <sub>2</sub>	0.3
香料	1.0
合計	100.00

製剤 H は以下の処方とした。

	有効重量%
ナトリウムココイルイセチオネート	49.5
ステアリン酸	20.0
ココナツ脂肪酸	3.0
イセチオン酸ナトリウム	4.7
直鎖アルキルベンゼンスルフェート (LAS)	2.0
塩化ナトリウム	0.4
石鹼 <sup>*</sup>	8.3
ステアリン酸ナトリウム	3.0
香料	1.3
その他	0.7
水	7.1
合計	100.00

<sup>\*</sup> 石鹼の脂肪部分の鎖長分布は表3に示す。

<sup>\*\*</sup> ナトリウムタロエートおよびナトリウムココエートの82/18ブレンド

表 6 : 製剤 G の石鹼の脂肪部分の鎖長分布

鎖 長	重 量 %
C 8	0 . 8 1
C 1 0	1 . 0 6
C 1 2	1 5 . 7 0
C 1 4	5 . 8 0
C 1 6	3 8 . 2 2
C 1 6 : 1	0 . 0 7
C 1 8	7 . 0 5
C 1 8 : 1	2 6 . 3 0
C 1 8 : 2	4 . 0 1
C 2 0	0 . 1 9
そ の 他	0 . 7 9
合 計	1 0 0

洗剤組成物を貯蔵容器に充填し、供給材料が所望の温度となるまで貯蔵容器を加熱した。ダイを組み立て、ランナを射出金型のゲートに連結した。ランナのもう一端を貯蔵容器の底部に螺子接合した。ブランケット型加熱器を用いてランナと金型を所定温度まで加熱し、保温した。金型の外面の温度はワッシャ型 F e / k 熱電対を用いて測定した。

供給温度と金型の温度が所望の数値に達した時点で、真空ポンプを金型の吐出キャピラリ (60) の螺子山部分に連結し、金型を排気した後に充填した。水分補足器を真空ポンプ配管内に設けることにより、真空ポンプ油内に水分が侵入するのを防止した。真空ポンプ配管内の真空ゲージにより金型キャビティ内の真空度を測定した。

次にプランジャ (54) をオンとし、高温の供給物を制御された速度で金型内に射出し、その速度は mm / 分で機材パネル上に表示させた。プランジャ装置の定格圧力容量は 735 p s i であり、圧力がこの値を超えると機材のオートシャットオフシステムが自動的にプランジャを停止させた。

指示器－伝達器（56）により測定した圧力は、射出成型ユニット全体に渡る0～735 psiの圧力低下に相当する0～1013 mVの範囲でミリボルト単位で機材パネル上に表示した。インラインのコンピューターにより時間の関数としてミリボルトで圧力伝達器の出力を記録した。

金型が充填され、プランジャをオフにした後、なおランナに連結されている金型を貯蔵容器から外し、放冷した。金型の2個のダイを開放し、硬化した洗剤棒状物を取り出した。

金型の冷却は約27℃の空気を用いて、空気速度約3.6 m s<sup>-1</sup>で、強制空気冷却条件下に行った。金型に侵入する供給物は半固体であり、液晶相を含む部分的に構造形成された形態であった。

表7は上記組成物の射出成型のための好ましい操作条件を示す。

表7：最適操作条件

製 剤	供 給 温 度 (℃)	充 填 前 金 型 温 度 (℃)	測 定 圧 力 (psi)	冷 却 時 間 (分)
G	90	90	735	20
H	60	40	735	20

本発明の上記の方法を用いて良好な表面仕上げおよび許容できるロゴマーク刻印品質を有する錠剤が得られることがわかった。

射出成型された製剤Hと従来の剪断加工押出し洗剤棒状物対照試料とをエンドユーザー特性に関し比較した。射出成型物と対照棒状物の重量は等しく（約75 g）、同様の形状（長方形）であった。表8は2本の棒状物の摩滅性、粘性、泡立ちおよび亀裂形成性のようなエンドユーザー特性を示すものである。

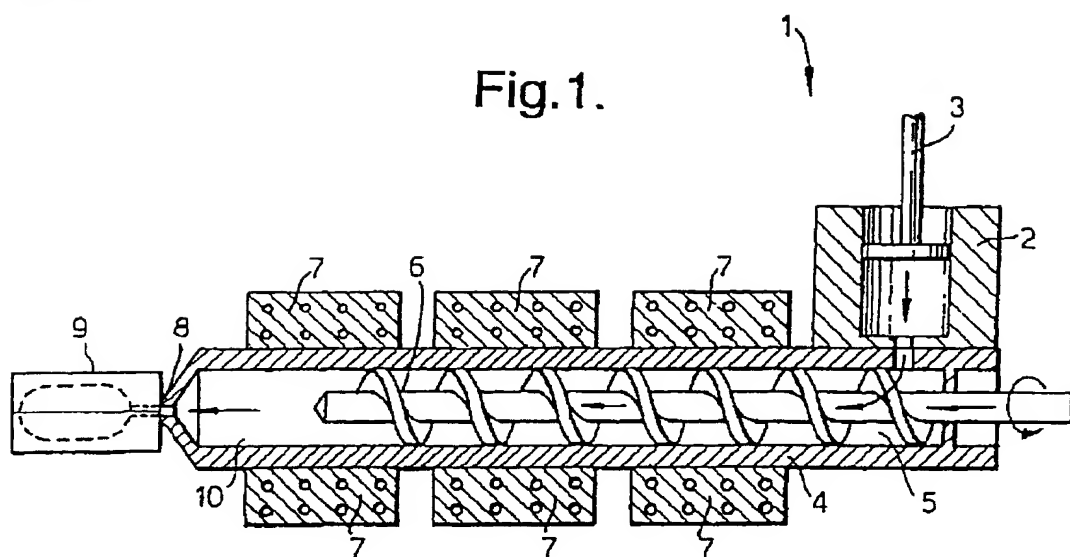
摩滅性は2種の錠剤で同等であった。射出成型棒状物の泡容量は対照試料より高値であった。粘性は射出成型棒状物が低値であった。両方の棒状物ともに亀裂形成は無かった。

表 8 : 射出成型 (I-M) された製剤 H v s 従来の剪断加工

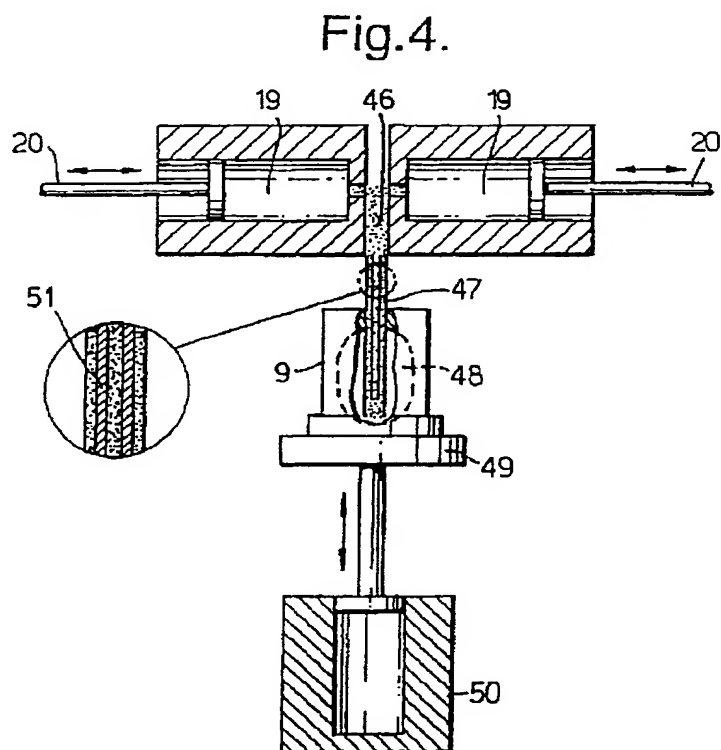
## 押出し対照試料の評価

	単位	対照錠剤	I-M錠剤	tの計算値	t表の値	備考
摩滅	g	28.3	31.9	31.8	2.78	有意差 無し
%摩滅	-	27.8	25.1	2.4	2.78	有意差 無し
4日間の 粘性深さ	mm	2.7	4.8	9.2	2.78	有意差 あり
亀裂形成	0~14 の 尺度上の 数値	何れの錠剤にも亀裂形成は無かった。				
泡立ち	ml	413	436	9.2	2.78	有意差
硬水中 軟水中		339	384	12.7	2.78	あり 有意差 あり

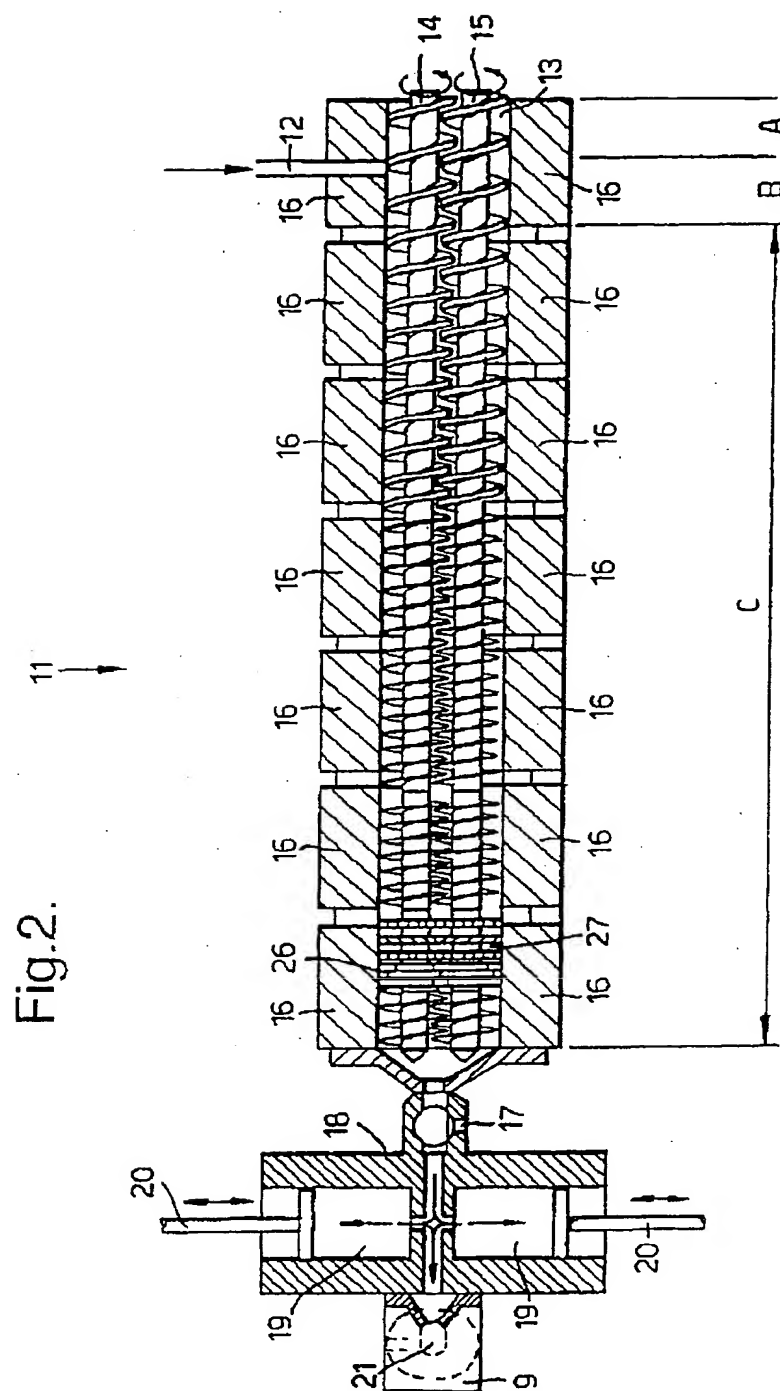
【図1】



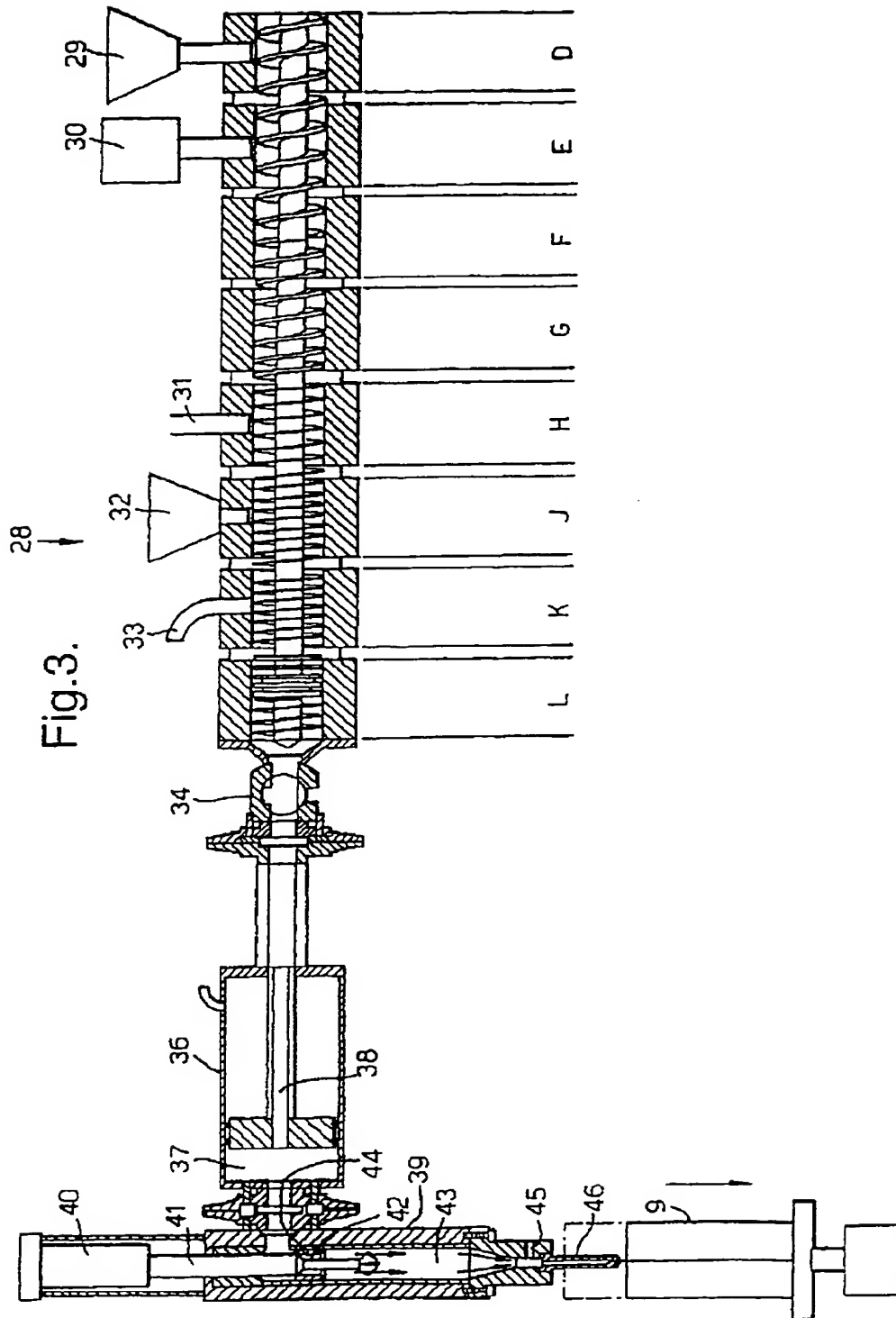
【図4】



【图2】

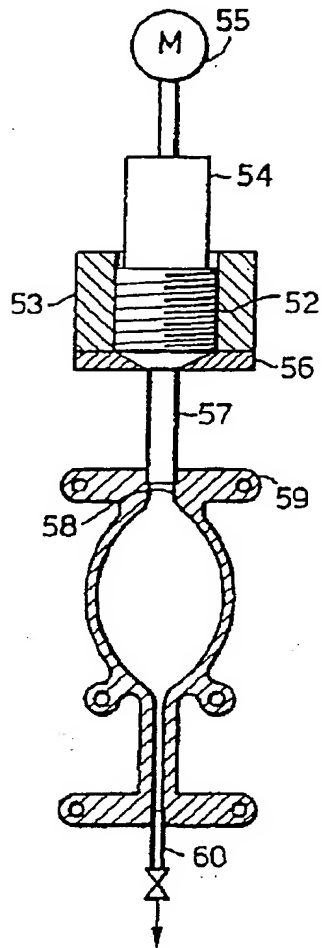


【図3】



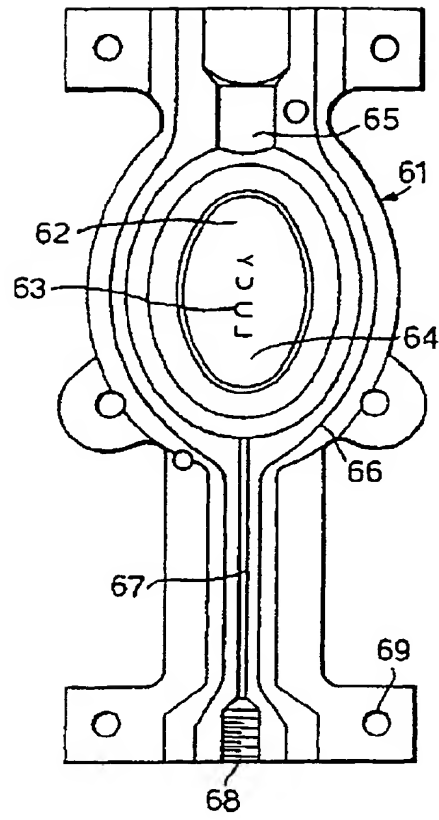
【図5】

Fig.5.



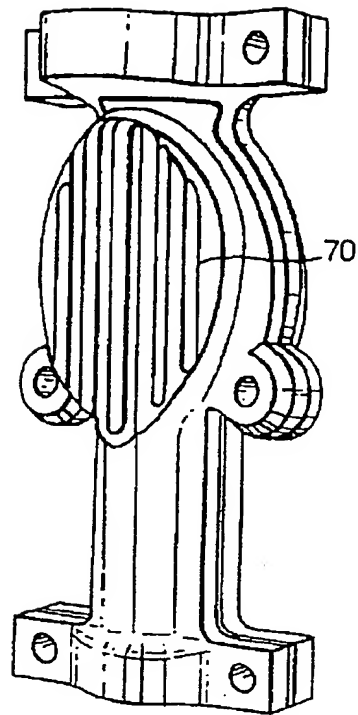
【図6】

Fig.6.



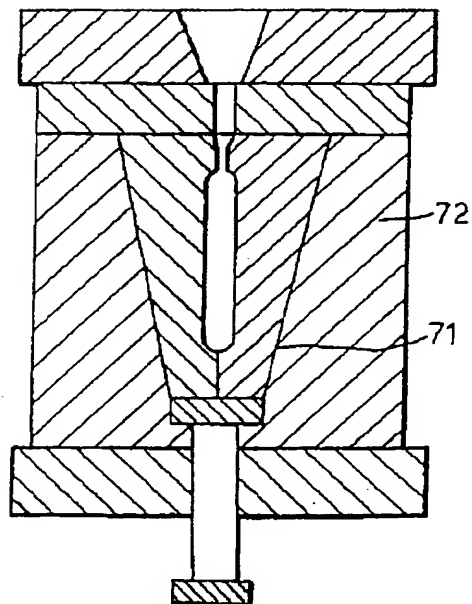
【図7】

Fig.7.

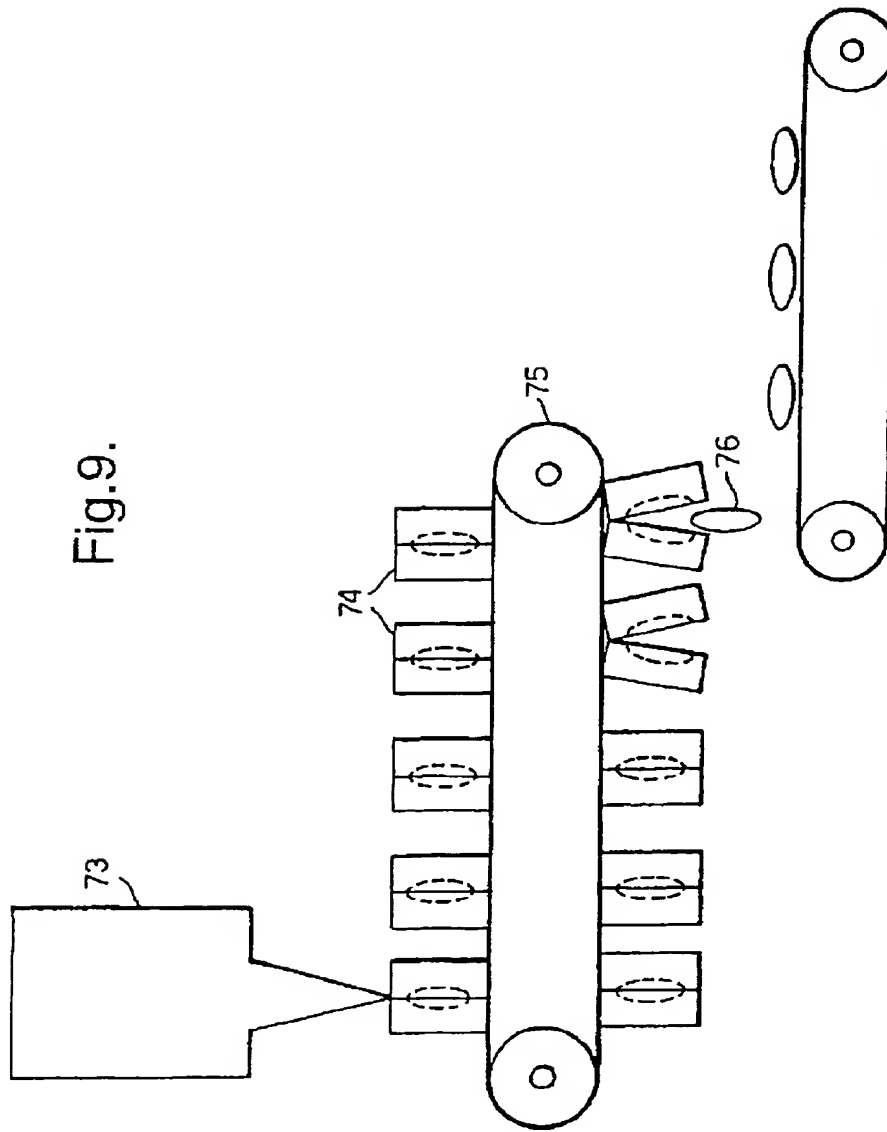


【図8】

Fig.8.



【図9】



## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 C11D17/00 C11D13/18		b. national Application No PCT/EP 98/02790	
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC			
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 C11D B29C			
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched			
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)			
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No	
X	US 2 048 286 A (FRED FORREST PEASE) 21 July 1936  see page 3, column 2, line 14 - line 23 see page 4, column 1, line 9 - line 12 see page 5, column 1, line 45 - line 50 see page 6, column 2, line 38 - line 55 see page 7, column 1, line 36 - line 48; claims	1, 2, 4, 8, 10, 11, 14, 16-20	
X	GB N06405 A (JOSEPH BAKER & SONS) 16 October 1913 see page 1, line 7 - line 11 see page 3, line 1 - line 3  -/-	1	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.			
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "d" document member of the same patent family			
Date of the actual completion of the international search  16 September 1998		Date of mailing of the international search report  28/09/1998	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. 5818 Patentean 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Tx: 31 651 apo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Loiselet-Taisne, S	

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.  
PCT/EP 98/02790

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2 987 484 A (OLLE I. LUNDBERG; JOSEPH BLINKA) 6 June 1961 cited in the application see column 4, line 8 - line 27; claims: examples ---	1-25
A	FR 2 112 945 A (PISONI OTTORINO) 23 June 1972 see page 1, line 15 - line 18 ---	1, 13
A	US 2 471 814 A (WALTER P. COUSINO) 31 May 1949 see column 5, line 17 - line 52; claims; figures -----	14, 16, 17, 21

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

PCT/EP 98/02790

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2048286 A	21-07-1936	NONE	
GB N06405 A		NONE	
US 2987484 A	06-06-1961	NONE	
FR 2112945 A	23-06-1972	BE 772274 A	17-03-1972
		CH 545342 A	31-01-1974
		DE 2144426 A	23-03-1972
		NL 7112104 A	13-03-1972
		US 3779685 A	18-12-1973
US 2471814 A	31-05-1949	NONE	

## フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, GW, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, UZ, VN, YU, ZW

(72)発明者 コーデル, ジョン・マーティン  
イギリス国、マージーサイド・シー・エイチ・63・3・ジエイ・ダブリュ、ウイラル、ベピントン、クオーリー・ロード・イースト、ユニリーバー・リサーチ・ポート・サンライト気付(番地なし)

(72)発明者 アーピング, グレイム・ネイル  
イギリス国、マージーサイド・シー・エイチ・63・3・ジエイ・ダブリュ、ウイラル、ベピントン、クオーリー・ロード・イースト、ユニリーバー・リサーチ・ポート・サンライト気付(番地なし)

(72)発明者 ナダカツテイ, スレシユ・ムリゲツバ  
インド国、バンガロー・560 066、ホワイトフィールド・ビー・オー、メイン・ロード・64、リサーチ・センター、ヒンズースタン・リーパー・リミテツド気付

(72)発明者 ナク, ビジエイ・ムクンド  
インド国、バンガロー・560 066、ホワイトフィールド・ビー・オー、メイン・ロード・64、リサーチ・センター、ヒンズースタン・リーパー・リミテツド気付

(72)発明者 オーバートン, クリステイーン・アン  
イギリス国、マージーサイド・シー・エイチ・63・3・ジエイ・ダブリュ、ウイラル、ベピントン、クオーリー・ロード・イースト、ユニリーバー・リサーチ・ポート・サンライト気付(番地なし)

- (72)発明者 ストツカー、フレデリック・エドマンド  
イギリス国、マージーサイド・シー・エイ  
チ・63・3・ジェイ・ダブリュ、ウイラ  
ル、ベピントン、クオーリー・ロード・イ  
ースト、ユニリーバー・リサーチ・ポー  
ト・サンライト気付（番地なし）
- (72)発明者 ターバーデイ、カーニツク  
イギリス国、ミドルセックス・ユー・ビ  
ー・8・3・ビー・エイチ、アクスブリッ  
ジ、ブルネル・ユニバーシティ、ザ・ウル  
フソン・センター・フォー・マテリアル  
ズ・プロセスング気付（番地なし）
- (72)発明者 ワーラーズ、ジョン・コリン  
イギリス国、マージーサイド・シー・エイ  
チ・63・3・ジェイ・ダブリュ、ウイラ  
ル、ベピントン、クオーリー・ロード・イ  
ースト、ユニリーバー・リサーチ・ポー  
ト・サンライト気付（番地なし）

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**